

УДК 621.37

DOI: 10.12737/article_591947e2496662.19826602

М.А. Якимова, аспирант,

В.И. Алехнович, к.т.н.,

А.Г. Григорьянц, д.т.н.

(МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005, Москва, ул. 2-я Бауманская, д. 5, стр. 1)

E-mail: mt12@bmstu.ru; vial@bmstu.ru

Рефрактометр НПВО для исследования рассеивающих веществ*

Представлено совместное применение рефрактометрии НПВО для анализа сильно рассеивающих веществ. Рассмотрены особенности интерпретации результатов измерений, а именно, моделирование коэффициентов рассеяния плоской и затухающей волны для использования в уравнении связи. Кроме того, установлена степень влияния различных параметров (концентрации частиц либо их размеров) на результаты экспериментов, что позволит повысить точность и достоверность экспериментов.

Ключевые слова: рефрактометр; фотометр; коэффициент ослабления; затухающая волна; уравнение связи.

M.A. Yakimova, Post graduate student,

V.I. Alekhnovich, Can. Eng.,

A.G. Grigoriyants, D. Eng.

(Bauman STU of Moscow, 5, Building 1, 2-d Baumanskaya Str., 105005, Moscow)

NPVO Refractometer for diffusing substance investigations

The paper deals with the use of refractometry for the analysis of strongly scattering materials. The peculiarities in the interpretation of measurement results, and in particular, the simulation of attenuation factors of a flat and damped wave for the use in the equation of coupling are considered. Besides, there is investigated a degree of the influence of different parameters (concentration of particles and their parameters) upon results of experiments which will improve accuracy and reliability of experiments. The results of experiments are obtained with the aid of NPVO refractometer on strongly scattering samples with a calibrated composition. The processing of experiment results carried out with the use of M_i scattering factors and scattering factors of standing wave allows estimating in what cases it makes sense to use more complex expressions for a damped wave and in what cases may be used M_i factors.

Keywords: refractometer; attenuation factor; damped wave; coupling equation.

В современных науке и технике широко используются частицы микро- и нанометровых размеров. Сфера их применения очень широка: от пищевой промышленности до аддитивных технологий.

Для лазерных технологий, таких как наплавка, селективное лазерное спекание и др., существенное значение имеют параметры частиц: их концентрация, размеры, форма, показатель преломления и ряд других. Эти пара-

метры определяют коэффициенты взаимодействия лазерного излучения с веществом, от которых зависит протекание процесса обработки веществ лазерным излучением.

Современные методы получения микро- и наночастиц как правило не гарантируют получение частиц со стабильными параметрами, что делает необходимым контроль указанных параметров как в процессе производства частиц, так и в процессе их обработки лазерным излучением.

Это делает актуальной разработку методов и оборудования для контроля их параметров:

*Статья выполнена в рамках работ по гранту от Российского научного фонда № 141901216.

концентрации, размеров, плотности и др. Причем разнообразие исследуемых объектов и требований к измерительному процессу делает целесообразным использование различных методов измерения, в наилучшей степени обеспечивающих выполнение поставленной задачи [1].

Рефрактометрия НПВО представляется достойной альтернативой классической спектроскопии в случае исследования сильно-рассеивающих сред. Однако для получения хороших результатов с помощью данного метода необходимо корректно построенная измерительная схема и методика обработки результатов экспериментов, опирающиеся на математическую модель взаимодействия излучения с частицами при НПВО [2].

Рассеяние Ми на сферических частицах.

При моделировании коэффициентов взаимодействия лазерного излучения с рассеивающими частицами широко используются формулы для коэффициентов рассеяния и ослабления Ми. При выводе уравнений в рамках этой теории, электромагнитная волна представляется как суперпозиция двух типов колебаний: у первого равна нулю радиальная составляющая магнитного поля, у второго – электрического.

Добавление промежуточных функций позволяет представить уравнение в виде волнового и получить его решение в виде системы уравнений, которая позволяет определить амплитуды напряженностей электрического и магнитного поля. Они в свою очередь представляются в виде суммы парциальных волн.

Их интенсивность во внешней среде, определяется согласно выражениям (1), (2), внутри рассеивающей частицы – (3), (4) [3].

$$a_j = \frac{m \cdot \psi_j(mx) \cdot \psi_j'(x) - \psi_j(x) \cdot \psi_j'(mx)}{m \cdot \psi_j(mx) \cdot \xi_j'(x) - \xi_j(x) \cdot \psi_j'(mx)}; \quad (1)$$

$$b_j = \frac{\psi_j(mx) \cdot \psi_j'(x) - m \cdot \psi_j(x) \cdot \psi_j'(mx)}{\psi_j(mx) \cdot \xi_j'(x) - m \cdot \xi_j(x) \cdot \psi_j'(mx)}; \quad (2)$$

$$c_j = \frac{\psi_j(x) \cdot \xi_j'(x) - \psi_j(x) \cdot \psi_j'(x)}{m \cdot \psi_j(mx) \cdot \xi_j'(x) - \xi_j(x) \cdot \psi_j'(mx)}; \quad (3)$$

$$d_j = \frac{m \cdot \psi_j(x) \cdot \xi_j'(x) - m \cdot \psi_j(x) \cdot \psi_j'(x)}{m^2 \cdot \psi_j(mx) \cdot \xi_j'(x) - m \cdot \xi_j(x) \cdot \psi_j'(mx)} \quad (4)$$

Здесь m – комплексный показатель преломления вещества; j – индекс, принимающий значения от 1 до бесконечности; x – параметр размера частицы

$$x = k \cdot r, \quad (5)$$

где k – волновой вектор, а функции определяются из соотношений (5) – (6):

$$\psi_j(x) = x^* J_j(x); \quad (5)$$

$$\xi_j(x) = x^* H_j(x) = x^* (J_j(x) + i \cdot Y_j(x)), \quad (6)$$

где x – показатель поглощения вещества; n – показатель преломления; $J_n(x)$ – функция Бесселя первого рода; $Y_n(x)$ – функция Бесселя второго рода; $H_n(x)$ – функция Ханкеля первого рода.

Полученные выражения позволяют определить значение падающего, дифрагированного потока и потока, вызванного их интерференцией. После чего, исходя из закона сохранения энергии, рассчитываются коэффициенты взаимодействия лазерного излучения с веществом.

Выражение для сечения рассеяния излучения одиночной частицей имеет вид:

$$C_{sct} = \frac{2\pi}{x^2} \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1) \cdot (|a_n|^2 + |b_n|^2); \quad (7)$$

сечение ослабления излучения одиночной частицей:

$$C_{ext} = \frac{2\pi}{x^2} \operatorname{Re} \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1) \cdot (a_n + b_n). \quad (8)$$

В случае некогерентного независимого рассеяния интенсивности излучения, рассеянного частицами и прошедшего сквозь них, линейно складываются, следовательно, коэффициенты взаимодействия определяются суммированием сечений одиночных частиц:

$$K_{sct} = N \int_0^{\infty} k_{sct}(r) g(r) dr; \quad (9)$$

$$K_{ext} = N \int_0^{\infty} k_{ext}(r) g(r) dr, \quad (10)$$

где N – полная концентрация частиц; $g(r)$ – нормированная плотность распределения частиц по размерам.

Рассеяние затухающей волны на сферических частицах. При выведении выражений Ми принято, что интенсивность волны изменяется только за счет поглощения излучения в частице. Кроме того, волновой фронт считается плоским. Волна, прошедшая во вторую среду в результате НПВО, является затухающей, то есть интенсивность уменьшается по закону:

$$I = I_0 \cdot \exp(\gamma \cdot x) \quad (11)$$

где $\gamma = \alpha + i\beta$ – коэффициент распространения волны; β – коэффициент фазы; α – коэффициент затухания волны (определяемый потерями, вносимыми средой).

В случае, когда среда является рассеиваю-

щей, коэффициент затухания определяется поглощением и рассеянием в среде. Однако выражения для коэффициентов взаимодействия затухающей волны с частицами будут отличаться от таковых для плоской волны. Это связано с тем, что затухающая волна имеет сложную форму волнового фронта. Ее рассеяние не описывается классическими выражениями Ми: распространение *s*- и *p*-поляризованной волны имеет различный характер.

При рассеянии *s*-поляризованной волны возникают добавки к рассеянию Ми, вызванные трехмерностью волны [4]. При рассеянии *p*-поляризованной волны подобных явлений не наблюдается. Поэтому предпочтительно использовать именно эту составляющую волны.

В случае взаимодействия волны с ансамблем частиц, когда не стоит задача анализа структуры частицы, коэффициент ослабления усредняют по площадке с площадью, равной сечению ослабления частицы и перпендикулярной вектору Пойнтинга волны, что приводит к более простым выражениям, пригодным для практического использования.

Сечения ослабления в этом случае имеют вид:

$$\sigma_{ext}^s = \frac{2\pi}{k_M^2} N^{-1} \operatorname{Re} \sum_{i=1}^{\infty} (2i+1)(a_i \Pi_i + b_i T_i), \quad (12)$$

$$\sigma_{ext}^p = \frac{2\pi}{k_M^2} N^{-1} \operatorname{Re} \sum_{i=1}^{\infty} (2i+1)(a_i T_i + b_i \Pi_i), \quad (13)$$

где выражения (14) – (16):

$$\Pi_i(\theta_k) = \frac{2}{n(n+1)} \sum_{m=-n}^n \frac{(n-m)!}{(n+m)!} \left| m \frac{P_{nm} \cos(\theta_k)}{\sin(\theta_k)} \right|^2; \quad (14)$$

$$T_i(\theta_k) = \frac{2}{n(n+1)} \sum_{m=-n}^n \frac{(n-m)!}{(n+m)!} \left| \frac{dP_{nm} \cos(\theta_k)}{d(\theta_k)} \right|^2; \quad (15)$$

$$NN = \frac{I_1(2ka)}{ka} = 1 + \sum_{m=1}^{\infty} \frac{(ka)^{2m}}{m!(m+1)!}, \quad (16)$$

в котором для описания частиц использовались первые три слагаемые.

Коэффициенты распространения затухающей волны отличаются от таковых для плоской волны наличием угловых функций рассеяния T_n и Π_n , которые в случае плоской волны равны единице. Кроме того, имеет место нормирующий множитель N , зависящий от угла падения излучения и размера частиц.

Результаты математического моделирования. Графики зависимости коэффициентов рассеяния плоской и затухающей волн одиночной частицей от длины волны приведены

на рис. 1, от среднего диаметра частиц – на рис. 2, от показателя преломления – на рис. 3.

Из графиков видно, что ход кривых зависимости коэффициентов рассеяния затухающей и плоской волны от параметров частиц и длины волны существенно различен: коэффициент рассеяния затухающей волны более чувствителен к изменению размеров частиц, плоской – к изменению показателя преломления.

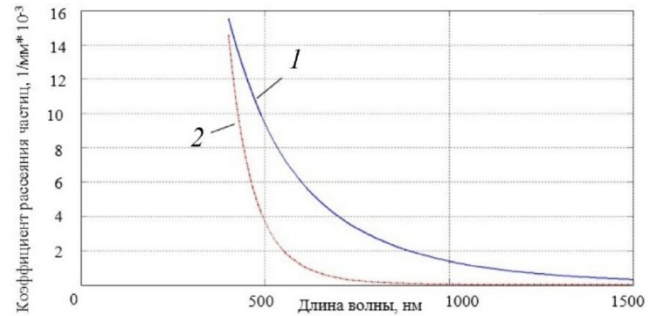


Рис. 1. Зависимость коэффициента рассеяния затухающей и бегущей волн от длины волны

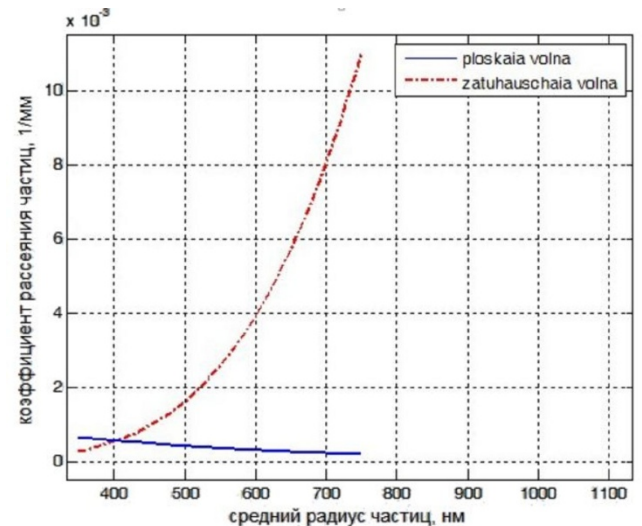


Рис. 2. Зависимость коэффициента рассеяния затухающей и бегущей волн от средних размеров частиц

Сильная зависимость коэффициента рассеяния затухающей волны от диаметров рассеивающих центров приводит к возникновению неопределенности в измерении концентрации частиц и возрастанию погрешности. В то же время определение размеров частиц по данным об их взаимодействии с затухающей волной возможно с большим разрешением.

Сравнение результатов, полученных для плоской и затухающей волны, позволяет оценить обусловлено ли значение коэффициента рассеяния размером частиц или их концентрацией.

Экспериментальная часть. Экспериментальная установка была построена по принципу рефрактометра НПВО. В качестве источника излучения использовались одномодовый

гелий-неоновый лазер и одномодовый полупроводниковый лазер с длиной волны 808 нм, расходимостью не более 1', шириной спектра 10 нм, а так же диаметром пучка $0,8 \pm 0,1$ мм. Измерительная призма была изготовлена из стекла ТФ6. Точность гипотенузной грани составляла $\lambda / 10$.

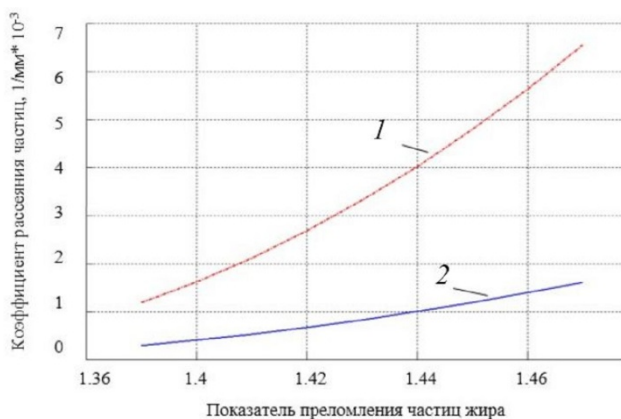


Рис. 3. Зависимость коэффициента рассеяния затухающей и бегущей волн от показателя преломления частиц

В качестве исследуемого образца использовались образцы молока с различным содержанием белка, содержание которого было определено с помощью стандартного метода (метода Кьельдаля) [5]. Серии образцов состояли из 10 проб, содержание белка в которых варьировалось от 0 до 6 %. Использовались две серии образцов: гомогенизированного и негомогенизированного. Дисперсия частиц белка в первой серии составляла порядка 10 нм, второй – 80 нм.

При обработке результатов использовались коэффициенты взаимодействия излучения с частицами белка, рассчитанные по формулам Ми и рассчитанные при помощи выражений (12) и (13) для затухающей волны. На основании этих данных была определена концентрация частиц белка в пробах.

На рис. 4 приведены зависимости погрешностей измерений. Графики 1 и 2 соответствуют случаю гомогенизированного молока, 3 и 4 – негомогенизированного. Графики 1 и 3 относятся к случаю, когда при обработке результатов экспериментов использовались выражения Ми, графики 2 и 4 – случай использования выражений для затухающей волны. Из графиков видно, что для образцов, обладающих меньшей дисперсией частиц по размерам, погрешность определения концентрации оказывается

меньшей, чем для сильнодисперсных образцов.

Погрешность результатов, полученных с использованием выражений (12) – (13), несколько ниже, чем с использованием выражений Ми. Однако эта разница мала. Существенно выше она в случае образцов, характеризующихся большей дисперсией частиц по размерам. В этом случае погрешность результатов, получаемых при помощи выражений Ми, существенно превышает как погрешность результатов, полученных при использовании выражений для затухающей волны.

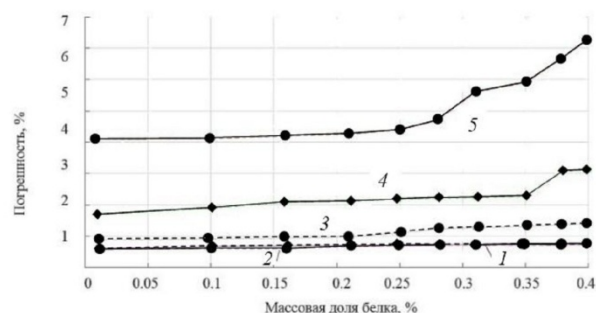


Рис. 4. Зависимость погрешности определения массовой доли белка от его среднего содержания:

1 – рефрактометр, гомогенизированное молоко, выражения для затухающей волны; 2 – рефрактометр, гомогенизированное молоко, выражения Ми; 3 – рефрактометр, негомогенизированное молоко, выражения для затухающей волны; 4 – рефрактометр, негомогенизированное молоко, выражения Ми; 5 – фотометр

Для сравнения приведен результат измерений концентрации частиц, проведенных на фотометрической установке. Видно, что погрешность в этом случае превышает погрешность всех проведенных рефрактометрических измерений, даже самых «грубых» из них.

Обсуждение результатов. Из приведенных исследований можно сделать вывод, что использование в обработке рефрактометрических данных выражений для затухающей волны вместо выражений Ми позволяет снизить погрешность измерений. Использование этих выражений приведет к усложнению расчетов. Но повышение точности экспериментов, особенно, в случае образцов, содержащих неоднородные по размерам частицы, окупит некоторое увеличение времени расчета.

Следует заметить, что в случае использования источников излучения с длиной волны, лежащей в ультрафиолетовой и инфракрасной

областях коэффициенты рассеяния для затухающей и плоской волны становятся близкими по значению. В этом случае использование более сложных выражений не дает существенного выигрыша в точности.

Сравнение полученных результатов с результатами фотометрических измерений говорят о том, что использование рефрактометрии НПВО позволяет достигать меньших значений погрешности. В то же время, сопоставление результатов фотометрических и рефрактометрических измерений может позволять получать более точную информацию об образце за счет того, что коэффициенты переноса излучения плоской и затухающей волн в разной степени зависят от параметров образца.

Выводы

Предложены выражения, позволяющие повысить точность определения концентрации частиц в коллоидных растворах при помощи рефрактометра. Произведено сравнение результатов обработки экспериментов для образцов с различной дисперсностью частиц по размерам. По результатам исследований можно сделать вывод, что при обработке рефрактометрических измерений в видимом спектральном диапазоне, использование для расчетов коэффициентов поглощения и ослабления выражений для затухающей волны, позволяет получить довольно ощутимый выигрыш в точности измерений. Особенно существенна разница в точности при исследовании образцов с высоким значением среднеквадратического отклонения частиц по размерам.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Мельников, Д.М., Шиганов, И.Н. Исследование технологических сред методом лазерного фазового анализа // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. – 2015. – № 4. – С. 100–108.

2. Коротаева, М.А., Григорьянц, А.Г., Алехнович, В.И. Рефрактометрия рассеивающих сред // Технология машиностроения. – 2013. – № 11. – С. 45–48.

3. Шиганов, И.Н., Мельников, Д.М., Якимова, М.А. Исследование взаимодействия лазерного излучения с рассеивающими жидкими средами в условиях изменения функции распределения взвешенных частиц по размерам // Квантовая электроника. – 2016. – Т. 46. – № 9. – с. 855–859.

4. Peter T.C. So, Hyuk-Sang Kwon, and Chen Y. Dong Resolution enhancement in standing-wave total internal reflection microscopy: a point-spread-function engineering approach // Opt. Soc. Am. A. Vol. 18, No. 11 / November 2001. pp 2833–2845.

5. Якимова, М.А., Алехнович, В.И., Григорьянц, А.Г. Фотометрический контроль параметров коллоидных растворов // Научно-технические технологии в машиностроении. – № 3(.)– 2014. – С. 42–45.

REFERENCES

1. Melnikov, D.M., Shiganov, I.N. Technical environment investigation by method of laser phase analysis // *Bulletin of Bauman STU of Moscow. Series. Mechanical Engineering.* – 2015. – № 4. – pp. 100–108.

2. Korotaeva, M.A., Grigoriyants, A.G., Alekhovich, V.I. Refractometry of scattering media // *Technology of Mechanical Engineering.* – 2013. – № 11. – pp. 45–48.

3. Shiganov, I.N., Melnikov, D.M., Yakimova, M.A. Investigation of laser emission interaction with scattering liquid media under conditions of changes in suspended particle distribution according to dimensions // *Quantum Electronics.* – 2016. – Vol. 46. – № 9. – pp. 855–859.

4. Peter T.C. So, Hyuk-Sang Kwon, and Chen Y. Dong Resolution enhancement in standing-wave total internal reflection microscopy: a point-spread-function engineering approach // *Opt. Soc. Am. A. Vol. 18, No. 11 / November 2001.* pp 2833–2845.

5. Yakimova, M.A., Alekhovich, V.I., Grigoriyants, A.G. Photometric control of colloidal solution parameters // *Science Intensive Technologies in Mechanical Engineering.* – № 3(.)– 2014. – pp. 42–45

Рецензент д.т.н. И.Н. Шиганов

Учредитель: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Брянский государственный технический университет"

Адрес редакции и издателя: 241035, Брянская область, г. Брянск, бульвар 50 лет Октября, 7
ФГБОУ ВО «Брянский государственный технический университет»

Телефон редакции журнала: 8-903-592-87-39. E-mail: naukatm@yandex.ru

Вёрстка А.А. Алисов. Технический редактор А.А. Алисов. Корректор Н.В. Дюбкова.

Сдано в набор 04.04.2017. Выход в свет 31.05.2017.

Формат 60 × 88 1/8. Бумага офсетная. Усл. печ. л. 5,88.

Тираж 500 экз. Свободная цена.

Отпечатано в лаборатории оперативной полиграфии
Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования
"Брянский государственный технический университет"
241035, Брянская область, г. Брянск, ул. Институтская, 16

12+