

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 05.05.2017
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e9450f44851da56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Юго-Западный государственный университет» (ЮЗГУ)

Кафедра нанотехнологий и инженерной физики



Основы работы на лазерном анализаторе микрочастиц Ласка-Т

Методические указания к выполнению лабораторной работы по дисциплине «Микро- и наносистемы в технике и технологии»

для студентов направлений подготовки 28.04.01

Курск 2017 г.

УДК 534.2

Составители: И.А.Шабанова, А.М. Стороженко, С.С.Кошкин

Рецензент

Директор РИЦ, д.ф.-м.н., профессор А.П. Кузьменко

Основы работы на лазерном анализаторе микрочастиц Ласка-Т: методические указания к выполнению лабораторной работы по дисциплине «Микро- и наносистемы в технике и технологии» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: И.А.Шабанова, А.М. Стороженко, С.С.Кошкин. Курск, 2017. 14 с.: ил. 6. Библиогр.: с. 14.

Излагаются методические рекомендации по выполнению лабораторной работы, позволяющей получить навыки работы на лазерном анализаторе микрочастиц Ласка-Т. Содержатся краткие теоретические сведения, описание экспериментальной установки и методики измерений, задания и вопросы для контроля знаний.

Методические указания соответствуют требованиям Федеральных государственных образовательных стандартов высшего образования и учебных планов направлений подготовки 28.04.01 Нанотехнологии и микросистемная техника. Предназначены для студентов всех форм обучения. Материал также будет полезен студентам других направлений подготовки, изучающим дисциплины нанотехнологического цикла.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать . Формат 60 x 84 1/16.

Усл. печ. л. 0,81. Уч.-изд. л. 0,73. Тираж экз. Заказ .

Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040 Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Основы работы на лазерном анализаторе микрочастиц Ласка-Т

Цель работы: освоить навыки работы на лазерном анализаторе микрочастиц Ласка-Т.

Приборы: лазерный анализатор микрочастиц Ласка-Т, магнитная мешалка, химические реактивы, химическая посуда.

Основные понятия

Частица – дискретная часть вещества твердого или жидкого тела с хорошо выраженной сплошной и замкнутой поверхностью раздела фаз с окружающим ее вакуумом, газом, жидкостью или твердым телом, от которых она отличается, по крайней мере, одним свойством.

Дисперсная среда – вакуум, газ, жидкость или твердое тело, в которых распределены частицы.

Фаза – часть системы, однородная по составу и строению и отделенная от других частей системы (других фаз) границей раздела (межфазной границей). Фаза может быть *сплошной* или *дисперсной* (раздробленной на множество отдельных частиц).

Дисперсные системы - состоят из множества частиц какого-либо тела (дисперсная фаза), распределенных в однородной среде (дисперсионной среде). Характеризуются сильно развитой поверхностью раздела между фазами.

Монодисперсная система – система, в которой все частицы имеют одинаковую крупность.

Полидисперсная система – система, в которой частицы различают по крупности.

Коллоидные растворы (лиозоли) - внешне однородные системы, содержащие очень мелкие частицы другой фазы, не являющиеся отдельными молекулами или ионами. Частицы в коллоидных растворах невозможно

отделить фильтрованием. Если они и отстаиваются, то очень медленно.

Дисперсность - характеристика размера частиц в дисперсных системах. Мера дисперсности — отношение общей поверхности всех частиц к их суммарному объему или массе.

Линейный размер – длина прямой, пересекающей частицу в произвольном направлении и ограниченной точками пересечения с ее поверхностью.

Наибольший размер – наибольший из возможных линейных размеров частицы.

Наименьший размер – максимальный из возможных линейных размеров, измеряемых по направлению, перпендикулярному к прямой наибольшего размера.

Крупность – совокупность линейных размеров, определяющих протяженность частицы в пространстве, а также их объем и площадь поверхности.

Эквивалентный диаметр (объем) – диаметр (объем) шара, эквивалентный по геометрическим признакам данной частице.

Подситовая фракция – выраженная в процентах массовая доля испытуемого материала, линейная крупность частиц которой меньше размера ячеек наиболее тонкого сита.

Самой общей и наиболее информативной характеристикой дисперсной системы является *гранулометрический (фракционный) состав* – функция распределения дисперсной фазы по размерам частиц.

Функция распределения дисперсной фазы по размерам частиц – выраженные в виде аналитических выражений или графически интегральный или дифференциальный гранулометрический состав дисперсной фазы.

Интегральный гранулометрический состав – доленое распределение частиц по классам крупности, которые определены только одним (чаще всего верхним) граничным значением, т.е. доля частиц с размерами меньшими данного размера.

Дифференциальный гранулометрический состав – долевое распределение по классам крупности, которые определены двумя граничными значениями (интервалом крупности) в пределе – бесконечно близкими между собой (в бесконечно малом интервале крупности). Дифференциальный гранулометрический состав получают дифференцированием (численным, графическим или аналитическим) по крупности частиц интегрального гранулометрического состава.

Удельная поверхность дисперсной фазы – суммарная площадь поверхности единицы объема или массы частиц дисперсной системы, вычисленная или измеренная по большому числу произвольно взятых частиц.

Средняя крупность – крупность (размер) частицы такой условной монодисперсной системы, которая по одной из характеристик дисперсной фазы с той же концентрацией – объему, массе, площади поверхности, линейному размеру - равна рассматриваемой характеристике полидисперсной системы.

Краткая теория

Основные методы гранулометрического анализа

Гранулометрический анализ проводится с целью получения информации о распределении по размерам частиц в порошках, суспензиях и в других дисперсных объектах. К основным методам гранулометрического анализа относят:

Ситовой анализ – определение гранулометрического состава путем просеивания материала через набор сит с последовательно уменьшающимися размерами ячеек сетки и взвешивания остатков на каждом из них. Фракционный состав выражается массовыми долями частиц (в %) в диапазонах линейной крупности, определяемых размерами ячеек верхнего и нижнего сита.

Микроскопический – определение крупности, фракционного состава и

формы частиц путем просмотра препарированных порошков под микроскопом или по микрофотографиям препаратов.

Седиментационный – определение фракционного состава по скорости оседания частиц в неподвижной жидкости или газе под действием гравитационной или центробежной сил посредством измерения кинетики изменения концентрации или массы накопления осадка. Фракционный состав выражается массовыми долями (в %) в диапазонах линейной крупности, определяемой по формуле Стокса.

Кондуктометрический (по Коултеру) - определение фракционного состава по изменению электрического сопротивления частиц при прохождении через калиброванную непроводящую диафрагму. Фракционный состав выражается численными долями (в %) в интервале крупности, эквивалентной диаметру сферической частицы, способной вызвать заданное изменение проводимости.

Акустической спектроскопии (Ультразвуковая спектрометрия) - определение фракционного состава путем передачи звуковых волн через образец и измерением затухания в широком диапазоне частот. Размер частицы рассчитывается из спектра.

Лазерной дифракции света (лазерного рассеяния) - определение фракционного состава путем облучения лазерным пучком образца и измерением радиального распределения интенсивности рассеянного света. Распределение частиц по размерам рассчитывается из данных радиального распределения интенсивности.

Основные принципы лазерного малоуглового светорассеяния

В настоящее время, имеются различные оптические методы гранулометрического анализа: метод *спектральной прозрачности*,

- метод *полной индикатрисы*, метод *многоволнового обратного рассеяния*, метод *малых углов*, но только метод малоуглового светорассеяния (метод малых углов – ММУ) завоевал преимущественные позиции.

В общем виде метод малоуглового светорассеяния реализуется по следующей схеме: через кювету с суспензией частиц пропускается световой пучок от когерентного излучателя (лазера), далее измеряется с помощью многоэлементного фотоприемника радиальное распределение интенсивности излучения $I(\beta)$, рассеянного ансамблем микрочастиц. Из данных радиального распределения интенсивности вычисляется функция распределения частиц по размерам $f(a)$.

По способу реализации, метод относится к интегрально-оптическим методам.

Анализатор размеров частиц лазерный «ЛАСКА-Т» предназначен для измерения дисперсных параметров суспензий, эмульсий и порошкообразных материалов. Гранулометрический анализ (расчет функции распределения частиц по размерам) осуществляется путем математической обработки результатов радиального распределения интенсивности света, рассеянного микрочастицами анализируемых образцов.

Область применения анализатора – лабораторный анализ и технологический контроль дисперсных систем в химико-фармацевтической, пищевой, химической и нефтехимической промышленности, а также медико-биологические исследования.

Анализатор может быть встроен в систему автоматического слежения и управления технологическими процессами.

Внешний вид прибора показан на рисунке 1.

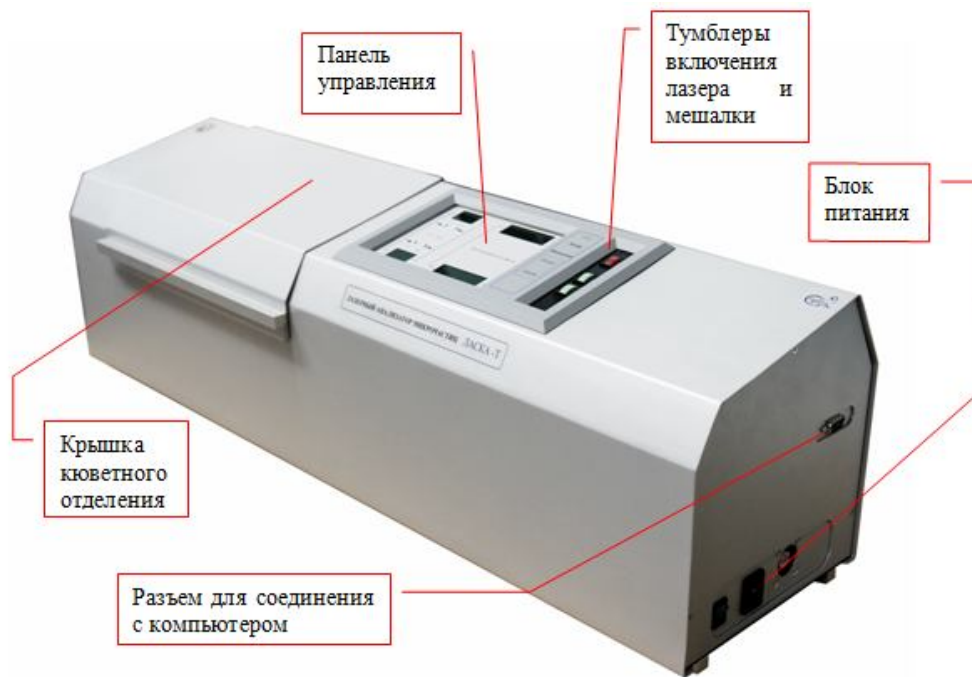


Рисунок 1 - Внешний вид анализатора «ЛАСКА-Т»

На верхней стенке находятся все элементы управления прибором: панель управления, тумблеры включения лазера и мешалки. Слева расположена откидная крышка кюветного отделения.

На правой стенке находится выключатель сетевого питания. Там же находится разъем для соединения с компьютером.

Под откидной крышкой расположено кюветное отделение, в которое помещается измерительная кювета.

Устройство анализатора иллюстрируется структурной схемой, представленной на рис.2, где отображены функциональные связи его составных частей.

Анализатор состоит из оптической системы с источником и приёмниками излучения и электронного узла.

Электронный узел состоит из блока питания, блока предусилителей, аналого-цифрового преобразователя (АЦП), микроконтроллера и блока индикации, а также привода магнитной мешалки.

Источником излучения является лазерный диод. Приёмники излучения

- линейки фотодиодов - служат для преобразования световых сигналов в электрические в соответствующих измерительных каналах.

Оптическая схема анализатора обеспечивает прохождение светового луча от лазерного диода через фокусирующую линзу, диафрагму, рабочую ячейку с пробой и далее на соответствующую линейку фотодиодов.



Рисунок 2 - Структурная схема анализатора «ЛАСКА-Т»

Описание работы анализатора

Источник света анализатора – лазерный диод - работает в непрерывном режиме со стабилизацией интенсивности излучения. Излучение лазерного диода фокусируется на апертуру фотодиода пропускания соответствующей линейки фотодиодов. Между фокусирующей линзой и измерительной кюветой располагается диафрагма, задающая площадь освещенной зоны в кювете.

Индикатриса рассеяния лазерного пучка, прошедшего через измерительную кювету, регистрируется линейкой фотодиодов. Линейка состоит из 32 фотодиодов.

Первый фотодиод в линейке является фотодетектором пропускания,

остальные 31 являются фотодетекторами индикатрисы. Фотодиоды пропускания в каждом анализаторе имеют угловую координату 0 градусов.

Угловые координаты фотодиодов рассеяния даны в паспорте к каждому анализатору и внесены в программное обеспечение к каждому анализатору.

После первичного аналогового преобразования блоком предусилителей электрические сигналы от фотодиодов поступают на плату АЦП и микроконтроллер, далее на выходной разъем и на блок индикации. Привод мешалки обеспечивает вращение волчка магнитной мешалки в кювете (рис.3).

Для получения адекватного распределение средней интенсивности излучения, рассеянного ансамблем микрочастиц, необходимо, чтобы в каждый момент времени сканирования дисперсная система была представительной и при обновлении сканируемого объема дисперсный состав не изменялся. В большинстве лазерных анализаторах частиц это достигается следующим образом: проба перемешивается в специальной камере пробоподготовки, чаще всего ультразвуком, и далее, сразу поступает в измерительную проточную ячейку. При этом соблюдается условие изокинетичности: все частицы должны перемещаться в одном фронте, не оседая и не проскальзывая. Данное устройство хорошо отработано и используется в анализаторах десятки лет. Существенным недостатком данной конструкции является невозможность работать в кинетическом режиме.

Исходно анализатор «ЛАСКА-Т» разрабатывался для цитологических исследований. Для этих исследований необходим кинетический режим работы анализатора, что потребовало разработки

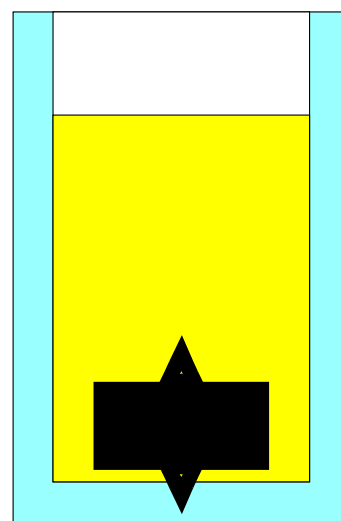


Рисунок 3 - Кювета с магнитным волчком

перемешивающего устройства. Была разработана специальная конструкция цилиндрического волчка, показанного на рис. 3.

Перемешивание пробы осуществляется плоской поверхностью волчка со скоростью 1200 об/мин, и создается гидродинамический режим с развитой турбулентностью, которая достаточно однородна и гомогенна практически во всем объеме кюветы. Таким образом, выполняется основное условие проведения гранулометрического анализа: при обновлении сканируемого объема не изменяется дисперсный состав, и уровень флуктуации сигнала составляет 1...2%. Существенно то, что при данной конструкции не образуется воронка, которая приводит к образованию пузырей воздуха.

Возможность непрерывного фотометрирования дисперсионной системы позволяет проводить динамическую регистрацию сигналов фотодетекторов (рис. 4.), что в свою очередь дает дополнительные возможности: визуально контролировать выполнение методик и адекватно оценивать предварительную пробоподготовку образца, проводить исследования по неустойчивости суспензий и эмульсий, осуществлять методические разработки подбора дисперсионных сред.

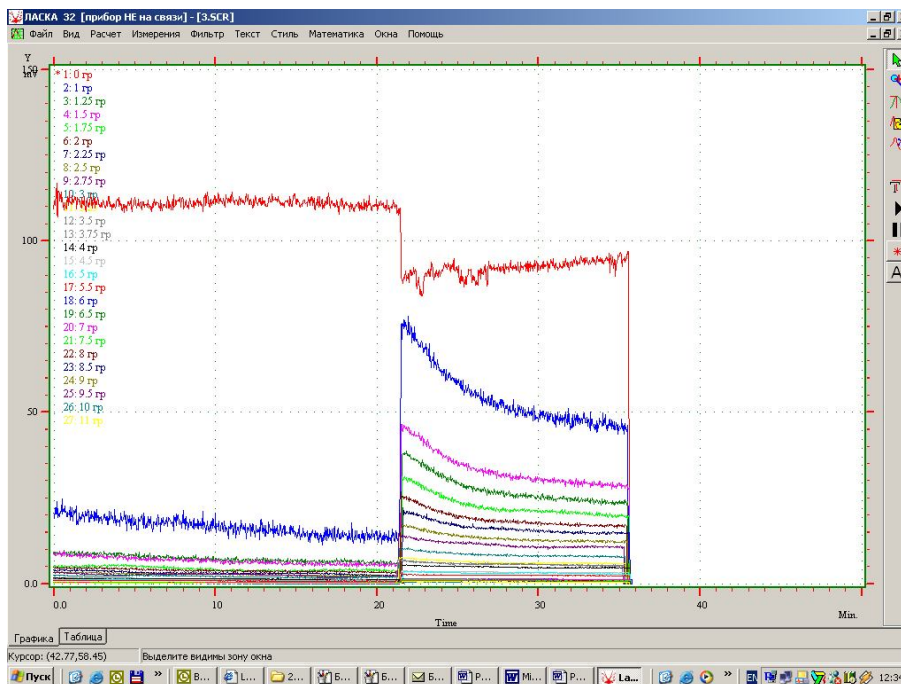


Рисунок 4 - Пример динамической записи, осуществляемой с помощью анализатора «ЛАСКА-Т»

Задания к лабораторной работе и порядок действий при их выполнении

1. Приготовьте суспензию анализируемого образца (по заданию преподавателя).
2. Возьмите чистую кювету с магнитным волчком и налейте в неё солевую среду (объем и тип жидкости согласно методике).
3. Поместите кювету в кюветное отделение (рис.5) и включите мешалку.



Рисунок 5 - Кюветное отделение

4. Включите лазер.
5. Включите запись эксперимента – опция **Измерения –Старт**.
6. После этого появляется окно (или окна) эксперимента (рис. 6). Окно представлено на верхней панели функциональных опций. Справа расположены 7 иконок, частично дублирующие некоторые из опций. Каждая из опций определяет решаемые программой задачи.

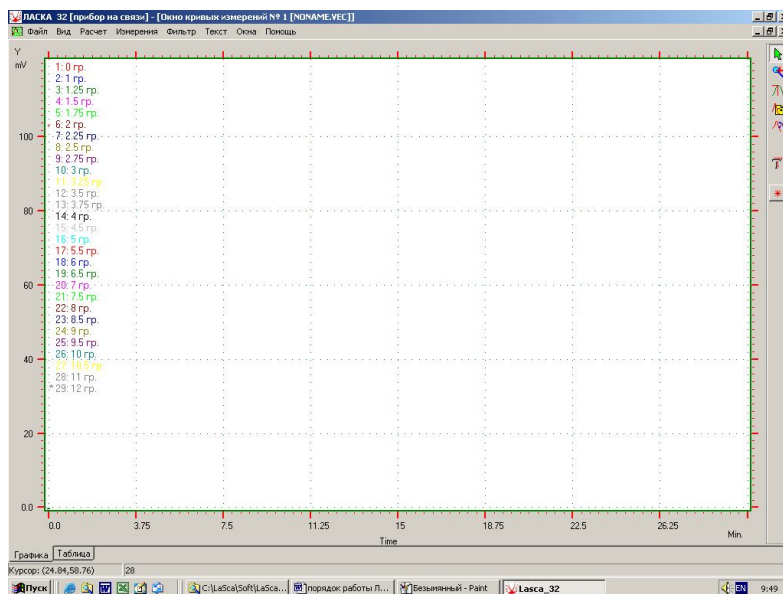


Рисунок 6 – Вид окна эксперимента

В верхнем левом углу расположены кнопки управления (начало и остановка процесса, открытие и сохранение файлов). Внизу даются координаты курсора мышки и - при записи - текущие значения активной кривой. По оси абсцисс фиксируется время эксперимента, по оси ординат - показания сигнала в mV. В верхнем правом углу отображается колонка с перечислением кривых (каналов), выводимых на запись: 0 гр; 1 гр; 1,25 гр; 11 гр; 12 гр, цвет строки соответствует цвету записываемой кривой.

8. Записать исходный фон кюветы со средой.

9. После записи исходного фона в кювету микропипеткой добавляется суспензия приготовленного образца. Суспензию рекомендуется добавлять дозированно по одной капле до тех пор, пока величина интенсивности света на дисплее 2 не достигнет значения в пределах 50-60 ед. Если значение меньше 50 ед. следует повторить эксперимент.

10. Остановка эксперимента осуществляется принудительно через опцию **Измерение-Стоп**.

Оформление результатов эксперимента

1. После окончания записи эксперимента следует активировать кривую с

- помощью опции «стрелка»
2. Выбрать оптимальный масштаб с помощью опции «Вид»
 3. Создать текстовые пометки нажатием опции «Текст». После этого мышкой в графическом окне выбрать место размещения текста, в окно занести полученные экспериментальные данные.
 4. Для сохранения данных необходимо использовать меню «Файл-Сохранить».
 5. Отключить лазер, магнитные мешалки. Вынуть кювету из кюветного отделения.
 6. После проведения анализа выводится окно «Расчет распределения частиц по диаметрам». В этом окне представлены исходные данные в интегральном и дифференциальном виде.
 7. При нажатии кнопки «Excel2000», генерируется вывод протокола эксперимента, в котором делаются все необходимые текстовые пометки, и далее сохраняется, как документ Excel.

Контрольные вопросы

1. Раскройте сущность основных методов гранулометрического анализа
2. Дайте определение основных характеристик дисперсных систем?
3. В чем заключается преимущество метода малых углов для определения гранулометрического анализа дисперсной системы?
4. Опишите основные принципы работы лазерного анализатора.

Литература

1. Старостин В.В. Материалы и методы нанотехнологий [Текст]: учебное пособие. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. -431 с.
2. Технология материалов микро- и нанoeлектроники [Электронный ресурс]: моно-графия / Л.В. Кожитов [и др.], 2012. – 862 с.