

УДК 531.7:544.576

М. В. Шалепина¹, В. Н. Игнатенко¹, А. В. Игнатенко²¹ГУО «Гимназия № 24 г. Минска»²Белорусский государственный технологический университет**ФОТОСЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА
ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ**

Рассмотрены процессы осаждения частиц в водных средах, их роль в разделении дисперсных систем, область применимости седиментационного анализа. Изучены гравиметрический, микроскопический и оптический методы контроля седиментации и определения размеров частиц.

Анализ кинетики осаждения частиц гравиметрическим методом позволил определить константу седиментации Стокса и рассчитать размеры и дисперсный состав частиц анализируемой суспензии глинистых материалов. Отмечены достоинства и недостатки гравиметрического метода анализа.

Проведена разработка простого и доступного метода анализа гидродинамических размеров частиц с помощью цифровой фотосъемки и обработки изображений процесса их седиментации. С помощью программного обеспечения *Adobe Photoshop* полученные изображения были представлены в форме гистограмм числа пикселей от уровня их яркости и проанализированы изменения параметров гистограмм. Установлено, что данный метод хорошо различает моно- и полидисперсные системы и проявляет чувствительность к изменению размеров частиц на уровне весового метода седиментационного анализа. Предложенный метод менее трудоемок, не требует специального оборудования и позволяет одновременно характеризовать процессы седиментации взвешенных частиц и их седиментационно-диффузионное равновесие.

Ключевые слова: дисперсный анализ, методы, световая микроскопия, седиментация, гравиметрия, фотоседиментация.

M. V. Shalepina¹, V. N. Ignatenko¹, A. V. Ignatenko²¹Gymnasium № 24, Minsk²Belarusian State Technological University**PHOTO-SEDIMENTATION METHOD FOR ANALYSES OF DISPERSE SYSTEMS**

The process of particles sedimentation in water is considered, its role and application area in the separation of dispersed systems. Microscopic, gravimetric and optical methods for controlling sedimentation and determining particle sizes were studied.

As a result of analysis of the particle deposition kinetics by the gravimetric method was determined the Stokes sedimentation constant and the particle size was calculated. The dispersed composition of particles of tested suspension of clay materials was determined. The advantages and disadvantages of the gravimetric method of analysis were noted.

A simple and affordable method for analysis the hydrodynamic sizes of particles based on digital photography of sedimentation processes and image processing was developed. The obtained images were processed using the Adobe Photoshop software and were presented as histograms of dependence the number of pixels on their brightness. The changes in the histogram parameters were analyzed. It was found that this method distinguishes mono- and polydispersed systems well and its sensitivity to particle size changes is comparable to the weight method of sedimentation analysis. This method is less laborious, does not require special equipment, it allows to characterize the processes of sedimentation of suspended particles and sedimentation diffusion equilibrium.

Key words: dispersion system, analyses, methods, light microscopy, sedimentation, gravimetry, photo-sedimentation.

Введение. Процессы седиментации частиц широко распространены в окружающей нас воздушной и водной среде. Они могут оказывать как негативное, так и положительное влияние на различные технологические процессы. Например, оседание пылевых частиц в производстве может привести к браку изделий в электронике, нарушению стерильности лекарственных препаратов,

снижению качества пищевой продукции. Позитивную роль процессы седиментации играют, например, при разделении многокомпонентных сред и выделении ценных фракций, при очистке газоздушных выбросов, удалении загрязнителей из сточных вод. Седиментация – наиболее простой способ выделения грубодисперсных примесей в аэрозолях, эмульсиях, суспензиях [1, 2].

Важным свойством дисперсных систем являются их временная устойчивость и способность к фазовому расслоению.

Для лиофильных веществ характерно сильное взаимодействие с водой, благодаря чему они способны к самопроизвольному диспергированию и образованию устойчивых систем.

Лиофобные дисперсные системы отличаются слабым взаимодействием с водой и способностью к ассоциации лиофобных частиц и разделению дисперсных фаз.

Под действием гравитационной силы и силы Архимеда дисперсные частицы оседают, всплывают или плавают в дисперсной среде [3]. В зависимости от плотности ($\rho_{\text{ч}}$) частиц дисперсной фазы и плотности воды ($\rho_{\text{в}}$) могут наблюдаться различные случаи движения дисперсных частиц:

- оседание: $\rho_{\text{ч}} > \rho_{\text{в}}$;
- плавание: $\rho_{\text{ч}} = \rho_{\text{в}}$;
- всплывание: $\rho_{\text{ч}} < \rho_{\text{в}}$.

С точки зрения седиментационного анализа водные системы частиц делятся на неосаждаемые растворы и коллоидные суспензии с размерами частиц 10^{-10} – 10^{-8} м, частично осаждаемые (10^{-8} – 10^{-6} м) и осаждаемые с размерами частиц 10^{-6} – 10^{-3} м и более.

Молекулярно-кинетическая теория седиментации частиц с учетом влияния броуновского движения и сил трения в водной среде была предложена Эйнштейном – Стоксом, в которой установлена связь между скоростью оседания частиц и их размерами.

При оседании частиц на дно создается градиент их концентрации, который порождает диффузионный поток $I_{\text{диф}}$, направленный противоположно потоку седиментации $I_{\text{сед}}$.

В результате конкуренции седиментационного и диффузионного потоков возможны 3 варианта:

1) $I_{\text{сед}} > I_{\text{диф}}$. Это наблюдается для частиц с радиусами более 10 мкм. В этом случае процессами диффузии можно пренебречь. Такая система является седиментационно неустойчивой, и происходит быстрое осаждение крупных частиц;

2) $I_{\text{сед}} \sim I_{\text{диф}}$. В системе устанавливается седиментационно-диффузионное равновесие в результате которого создается концентрационный градиент содержания частиц (n) в зависимости от их размера и распределения по высоте;

3) $I_{\text{сед}} < I_{\text{диф}}$. Этот режим устанавливается при размерах частиц менее 0,1 мкм и приводит к неравномерному распределению частиц по объему раствора.

Метод седиментации может быть использован для определения размеров частиц в диапазоне 1–1000 мкм. Нижняя граница измерений

определяется низкой скоростью седиментации, броуновским движением и седиментационно-диффузионным равновесием.

Седиментационно-диффузионное равновесие учитывают для частиц с размерами 0,1–5,0 мкм. При размерах менее 0,1 мкм на движение частиц сильное влияние оказывает броуновское движение, в результате седиментационными свойствами частиц можно пренебречь. Броуновским движением пренебрегают при размерах частиц более 5 мкм.

Верхняя граница седиментационного метода определяется высокой скоростью осаждения крупных частиц, кроме того, существуют и другие методы определения размеров таких частиц (ситовый анализ, световая микроскопия).

На седиментацию также оказывает влияние концентрация частиц. При $C = 0,1$ – $10,0$ г/л седиментация частиц диаметром 10 мкм и более хорошо описывается уравнением Стокса.

Более высокие концентрации могут привести к взаимодействию частиц между собой и их коагуляции.

В настоящее время существует множество методов определения размеров и дисперсного состава частиц. Наиболее широкое применение получили оптические и гравиметрические методы анализа [1, 4, 5], но ряд из них требует специального, дорогостоящего оборудования другие – высокотрудоемки. С развитием цифровых технологий [6–8] появилась возможность снижения трудоемкости данных методов.

Основная часть. Цель исследования – разработка простого и доступного метода анализа гидродинамических размеров частиц с помощью цифровой фотосъемки и обработки изображений процесса их седиментации.

В работе использовали образцы парфюмерно-косметической глины: кавказской изумрудной и марокканской GHASSOUL, глинозем по ГОСТ 30559–98.

Микроскопические измерения размеров частиц проводили в соответствии с ГОСТом [5] при помощи биологического светового микроскопа БелОМО, объект-микрометра ОМП со шкалой 1 мм и ценой деления 10 мкм, окуляр-микрометра МОВ-1-16х. Для этого предварительно определяли цену деления окуляр-микрометра по формуле

$$Ц_{\text{ок}} = N \cdot Ц_{\text{об}} / K, \quad (1)$$

где $Ц_{\text{ок}}$, $Ц_{\text{об}}$ – цена деления окуляр-микрометра и объект-микрометра соответственно; N – число совпавших делений объект-микрометра, K – число совпавших делений окуляр-микрометра.

Для получения достоверных результатов измерения повторяли 10 раз и подсчитывали средние значения частиц.

Водные суспензии материалов готовили с концентрацией 0,4%. Навески веществ взвешивали с помощью цифровых весов Scout Pro в диапазоне 0–200 г с погрешностью 10 мг.

Седиментационно-гравиметрический анализ проводили в стеклянных цилиндрах объемом 25 см³ и 500 см³ с помощью весов ВТ-500 [2].

В соответствии с уравнением Стокса скорость оседания частиц ($U_{\text{сед}}$) связана с их радиусом уравнением

$$r = \sqrt{\frac{U_{\text{сед}} \cdot 9\eta}{2(\rho - \rho_0)g}}. \quad (2)$$

Величины ρ , ρ_0 , g , η характеризуют плотность частиц дисперсной фазы, воды, силу гравитационного притяжения, вязкость воды соответственно и от дисперсности частиц не зависят, поэтому радиус частицы может быть определен из выражения

$$r = K\sqrt{U_{\text{сед}}}, \quad (3)$$

где K – постоянная Стокса.

$$K = \sqrt{\frac{9\eta}{2(\rho - \rho_0)g}}. \quad (4)$$

Фоторегистрацию осаждения частиц в образцах проводили сразу после перемешивания с помощью мобильного телефона SAMSUNG S8 с встроенной цифровой фотокамерой. Оседание частиц регистрировали в течение 30 мин. Вначале цифровые изображения получали в течение 1 мин в режиме видеосъемки, затем путем фотогафрирования в одинаковых условиях через каждую минуту в течение 10 мин и далее через 5 мин.

Обработку цифровых изображений осуществляли с помощью программного обеспечения *Adobe Photoshop CC*, *SAI2*, *Sony vegas pro 13*.

Статистическую обработку результатов измерений проводили с помощью программного обеспечения *Microsoft Excel*.

Седиментационно-гравиметрический метод анализа основан на экспериментальном получении зависимости кривой изменения массы m от времени t . На рис. 1 представлена кинетика изменения массы осаждаемых частиц для суспензии глинозема при 20°C.

Скорость оседания частиц в каждой точке седиментационной кривой определяли по тангенсу угла наклона касательной в данной точке или путем численного дифференцирования с помощью программы *Microsoft Excel*.

Кривая седиментации полидисперсной системы имеет максимальный тангенс угла наклона на начальном участке, который характеризует скорость оседания всех крупных частиц.

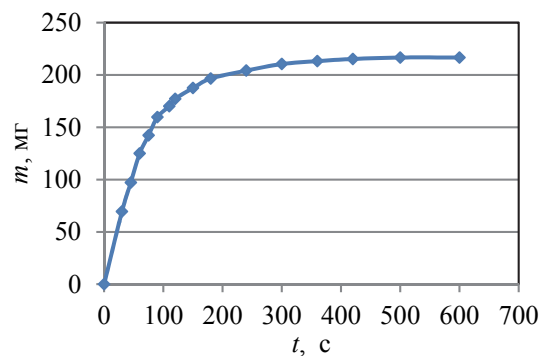


Рис. 1. Зависимость изменения массы осаждаемых частиц суспензии глинозема от времени

Вязкость водной среды при малых концентрациях дисперсной фазы может быть принята равной 0,001 Н·с/м. Для образца с плотностью твердой фазы – 2740 кг/м³, воды – 1000 кг/м³, $g = 9,81$ м/с² рассчитанное значение константы K по уравнению (4) составило:

$$K = 0,000513 \text{ (м}^{1/2} \cdot \text{с}^{1/2}\text{)}. \quad (5)$$

После построения касательной к каждой точке седиментационной зависимости (рис. 1) по тангенсу угла ее наклона были определены дисперсный состав и содержание частиц полидисперсной системы (рис. 2).

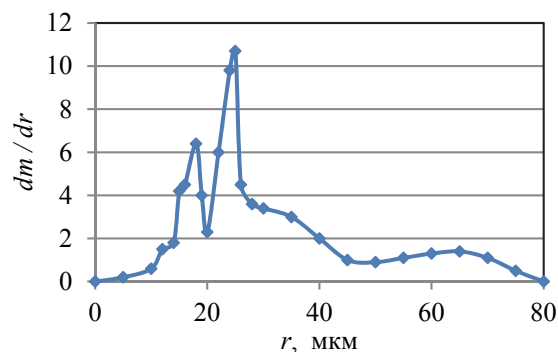


Рис. 2. Дифференциальная кривая распределения частиц глинозема по размерам

Как показано на рис. 2, в данной полидисперсной системе наблюдается несколько фракций частиц, различающихся по размеру.

Значения минимального и максимального радиусов частиц $r_{\text{мин}} = 10,3$ мкм, $r_{\text{макс}} = 81,1$ мкм. Наибольшее содержание наблюдалось для фракции с размером частиц 27,0 мкм. Полидисперсность (П) изученной системы составляет:

$$П = r_{\text{макс}} / r_{\text{мин}} = 81,1 / 10,3 = 7,87. \quad (6)$$

На следующем этапе работы были записаны цифровые изображения осаждения частиц для моно- и полидисперсных систем.

Цифровое изображение представляет собой матрицу пикселей, каждый из которых является

фоточувствительным элементом, регистрирующим падающее на него излучение [6, 7].

На рис. 3 приведены результаты анализа изменения яркости черно-белых цифровых изображений процесса седиментации частиц водной суспензии образца кавказской глины.

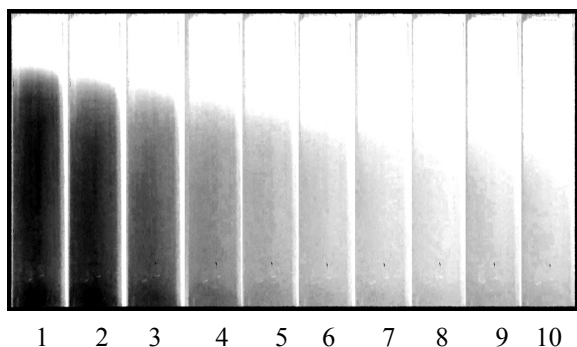


Рис. 3. Изменение яркости изображений от времени седиментации частиц водной суспензии кавказской глины, записанное через 1 мин в течение 10 мин

Как видно из рис. 3, яркость изображений возрастает в процессе седиментации частиц.

Программное обеспечение *Adobe Photoshop* позволяет полученное изображение представить в форме гистограммы числа пикселей (P) от уровня их яркости (I) (рис. 4). Средняя яркость пикселей отражает изменение светлости изображения в процессе осаждения взвешенных частиц.

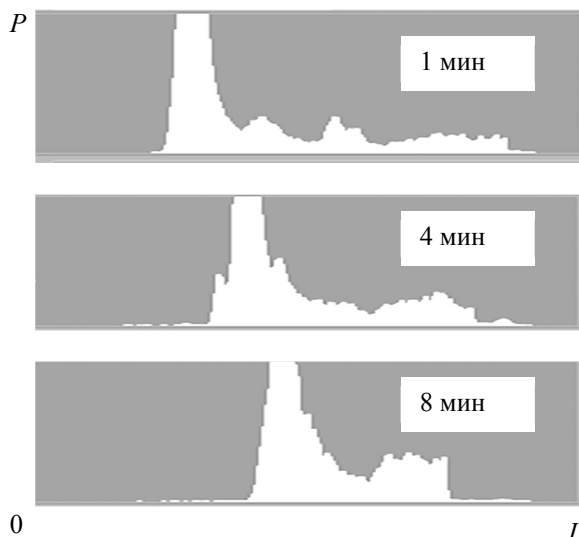


Рис. 4. Гистограммы изменения числа пикселей (P) от уровня их яркости (I) при разных временах седиментации частиц суспензии кавказской глины

Как видно из рис. 4, с течением времени наблюдается сдвиг максимума пика гистограммы в сторону увеличения доли светлых пикселей. Это связано с осаждением частиц,

поглощающих или рассеивающих свет, и изменением их вклада в гистограмму.

Полученные результаты хорошо согласуются с результатами анализа седиментации почв и сточных вод [9].

На рис. 5 приведена зависимость изменения среднего значения числа светлых пикселей цифровых изображений в процессе седиментации суспензии частиц для образцов марокканской и кавказской глины.

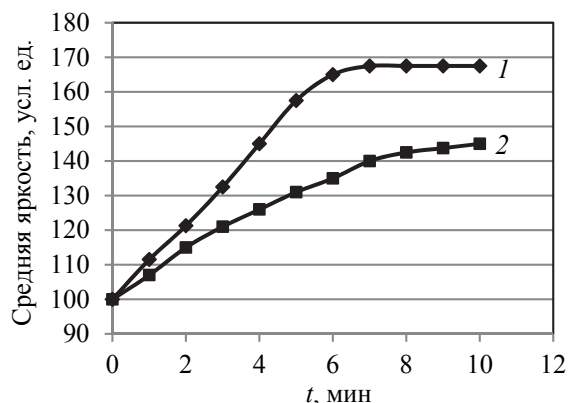


Рис. 5. Изменение показателя средней яркости гистограммы цифрового изображения седиментации частиц водной суспензии образцов: 1 – кавказская глина; 2 – марокканская глина

Как видно из рис. 5, среднее значение яркости цифровых изображений возрастает со временем оседания частиц.

Для образца (1) наблюдается одно значение скорости седиментации частиц, что указывает на его моносиперсный состав, в отличие от образца (2), для которого отмечается полидисперсный характер изменений.

Приведенные на рис. 5 данные указывают на то, что частицы глины образца (1) имеют больший размер и оседают быстрее по сравнению с образцом (2).

Максимальные размеры частиц двух образцов различаются в 1,4 раза и составляют 13,7 мкм и 9,9 мкм.

Полученные данные коррелируют с методом световой микроскопии ($R = 0,95$) и седиментационного анализа ($R = 0,97$).

Заклучение. В работе предложен простой, быстрый и доступный метод анализа гидродинамических размеров частиц с помощью цифровой фотосъемки и обработки изображений в *Adobe Photoshop*.

Метод фотоседиментации позволяет по скорости изменения светлости изображений определить размеры частиц в диапазоне 10–100 мкм в течение 1–10 мин.

Метод анализа цифровых изображений хорошо коррелирует с методом весового седиментационного анализа и световой микроскопии и отличается от них удобством работы, низкой трудоемкостью

и дополнительными возможностями изучения седиментационно-диффузионного равновесия. Он позволяет определять состав, размеры и концентрацию водных суспензий взвешенных частиц.

Предложенный метод может найти применение для контроля дисперсных свойств различ-

ных материалов в косметической, пищевой промышленности, а также для характеристики седиментационных процессов при оценке уровня загрязненности сточных вод и анализе эффективности их очистки от взвешенных частиц на водоочистных сооружениях.

Список литературы

1. Романовский С. И. Физическая седиментология. Л.: Недра, 1988. 240 с.
2. Порошки металлические. Методы седиментационного анализа: ГОСТ 22662–77. М.: Из-во стандартов, 2001. 8 с.
3. Фролов Ю. Г. Курс коллоидной химии. М.: Альянс, 2004. 424 с.
4. Справочник по свойствам, методам анализа и очистки воды / Л. А. Кульский [и др.]. Киев: Наукова думка, 1980. 1206 с.
5. Порошки металлические. Микроскопический метод определения размеров частиц: ГОСТ 23402–78. М.: Из-во стандартов, 1986. 13 с.
6. Кэлби С. Цифровая фотография. М.: Вильямс, 2011. Т. 1. 224 с.; 2011. Т. 2. 258 с.
7. Прэт У. Цифровая обработка изображений. М.: Мир, 1982. Т. 1. 317 с.; Т. 2. 479 с.
8. Шапиро Л., Стокман Дж. Компьютерное зрение. М.: Бинном, 2006. 762 с.
9. Сазановец М. А., Игнатенко А. В. Метод анализа скорости седиментации частиц в водных средах // Труды БГТУ, 2013. № 4: Химия, технология орган. в-в и биотехнология. С. 48–50.

References

1. Romanovskiy S. I. *Fizicheskaya sedimentologiya* [Physical sedimentology]. Leningrad, Nedra Publ., 1988. 240 p.
2. GOST 22662–77. Metal powders. Methods of sedimentation analysis of powders. Moscow, Izdatel'stvo standartov Publ., 2001. 8 p. (In Russian).
3. Frolov Yu. G. *Kurs kolloidnoy khimii* [Colloidal chemistry]. Moscow, Al'yans Publ., 2004. 424 p.
4. Kul'skiy L. A., Goronovskiy I. T., Koganovskiy A. M., Shevchenko M. A. *Spravochnik po svoystvam, metodam analiza i ochistki vody* [Reference book on properties, methods of water analysis and treatment]. Kiev, Navukova dumka Publ., 1980. 1206 p.
5. GOST 23402–78: Metal powders. Microscopic method of particle size determination. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1986. 13 p. (In Russian).
6. Kelbi S. *Tsifrovaya fotografiya* [Digital photography]. Moscow, Vil'yams Publ., 2011, vol. 1. 224 p.; 2011, vol. 2. 258 p.
7. Pret U. *Tsifrovaya obrabotka izobrazheniy* [Digital treatment of photographs]. Moscow, Mir Publ., 1982, vol. 1. 317 p.; vol. 2. 479 p.
8. Shapiro L., Stokman Dzh. *Komp'yuternoye zreniye* [Computer vision]. Moscow, Binom Publ., 2006. 762 p.
9. Sazanovets M. A., Ignatenko A. V. Method for analyzing the rate of sedimentation of particles in aqueous media. *Trudy BGTU* [Proceedings of BSTU], 2013, no. 4: Chemistry, Organic Substances Technology and Biotechnology, pp. 48–50 (In Russian).

Информация об авторах

Шалепина Маргарита Васильевна – ученица 11-го класса. ГУО «Гимназия № 24 г. Минска» (220030, г. Минск, ул. Интернациональная, 40, Республика Беларусь). E-mail: margarita.shalepina@gmail.com

Игнатенко Валентина Николаевна – учитель физики. ГУО «Гимназия № 24 г. Минска» (220030, г. Минск, ул. Интернациональная, 40, Республика Беларусь). E-mail: valni@tut.by

Игнатенко Аркадий Васильевич – кандидат биологических наук, доцент, доцент кафедры биотехнологии. Белорусский государственный технологический университет (220006, г. Минск, ул. Свердлова, 13а, Республика Беларусь). E-mail: ignatenko_av@tut.by

Information about the authors

Shalepina Margarita Vasil'yevna – pupil of 11 class. Gymnasium № 24, Minsk (40, International str., 220030, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: margarita.shalepina@gmail.com

Ignatenko Valentina Nikolaevna – teacher of physics. Gymnasium № 24, Minsk (40, International str., 220030, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: valni@tut.by

Ignatenko Arkadiy Vasil'yevich – PhD (Biology), Associate Professor, Assistant Professor, the Department of Biotechnology. Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova str., 220006, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: ignatenko_av@tut.by

Поступила 10.03.2020