

<sup>1,2</sup>Н. Г. Кокодий, <sup>2</sup>С. В. Лизогубенко, <sup>1</sup>М. В. Кайдаш

<sup>1</sup>Национальный фармацевтический университет

53, ул. Пушкинская, Харьков, 61002, Украина

<sup>2</sup>Харьковский национальный университет им. В. Н. Каразина

4, пл. Свободы, Харьков, 61022, Украина

E-mail: [kokodiyng@gmail.com](mailto:kokodiyng@gmail.com)

## ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРОВ МИКРОЧАСТИЦ ОПТИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ЦИФРОВОЙ ОБРАБОТКОЙ КАРТИНЫ РАССЕЙНИЯ СВЕТА

Предложен метод обработки картины рассеяния оптического излучения микрочастицами, полученной с помощью цифрового фотоаппарата с целью измерения размеров частиц. Ил. 5. Табл. 1. Библиогр.: 10 назв.

**Ключевые слова:** микрочастицы, измерение, размеры, свет, дифракция, цифровой метод.

При решении многих задач физики, техники, химии, биологии, экологии необходимо измерять размеры и оптические свойства твердых или жидких частиц, находящихся в некоторой среде. В последние годы возникла задача измерения размеров наночастиц. К настоящему времени разработано множество методов решения таких задач – методы микроскопии [1], седиментации [2, 3] и др.

Наиболее распространены оптические методы. На исследуемый объем, содержащий твердые или жидкие частицы, направляется пучок оптического излучения и фотоприемником регистрируются параметры прошедшего или рассеянного света: его интенсивность, фаза, поляризация. После математической обработки сигнала с фотоприемника делается заключение о параметрах исследуемых частиц [4–6]. Оптические методы имеют значительные преимущества перед другими: аппаратура несложная (особенно по сравнению с электронными микроскопами и центрифугами), измерения длятся недолго (от нескольких минут до долей секунды), процесс легко автоматизируется.

В оптических методах используется зависимость ширины индикатрисы рассеяния света частицами от отношения  $d/\lambda$  ( $d$  – размер частицы,  $\lambda$  – длина волны излучения). Для детектирования картины рассеяния обычно используются одиночные или матричные приемники. В первом случае осуществляется пространственное сканирование, что представляет собой довольно длительный процесс. Использование матричных приемников облегчает и убыстряет измерения. Но матрицы обычно малы – характерный размер приемной площадки, на которую падает свет, у них составляет 1...2 см, а размеры ореола рассеянного света в месте расположения матрицы могут быть намного большими.

В данной работе описан метод измерения размеров микрочастиц, заключающийся в следующем:

– цифровой камерой фотографируется экран, на который попадает свет, рассеянный системой частиц (картина рассеянного света);

– с помощью компьютерной программы измеряется интенсивность рассеянного света и находится ширина индикатрисы рассеяния света частицами;

– по формулам теории дифракции, связывающим ширину индикатрисы рассеяния и размер частиц, находится последний.

**1. Измерения.** Для испытания метода была выбрана пыльца растения, форма частиц которой близка к сферической, а их размеры составляют 15...20 мкм. Результаты измерений можно сравнить с результатами, полученными микроскопическим методом.

Схема эксперимента представлена на рис. 1.

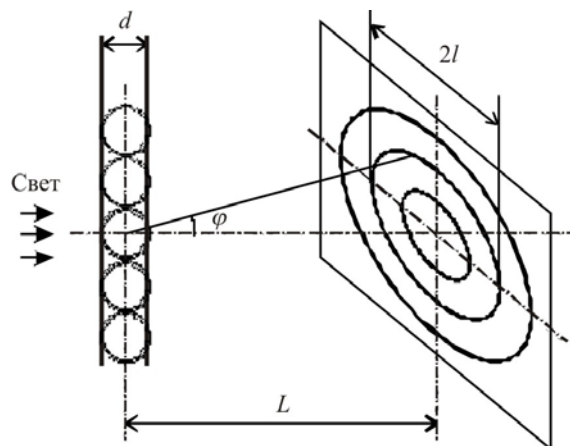


Рис. 1. Схема эксперимента

Частицы расположены между двумя пластинками – предметным и покровным стеклами, используемыми в микроскопии. Индикатриса рассеяния формируется только частицами, стеклянные пластинки на этот процесс не влияют. Лазерное излучение ( $\lambda = 0,65$  мкм) проходит сквозь слой частиц и падает на экран, располо-

женный на расстоянии  $L = 307$  мм от пластинок с частицами. Картина рассеянного света на экране имеет вид чередующихся концентрических светлых и темных колец, так как все частицы имеют примерно одинаковые размеры.

Испытаны два метода измерений – по угловым размерам дифракционных колец и по форме главного лепестка индикатрисы рассеяния. Для контроля размер частиц был определен с помощью оптического микроскопа.

*Измерение размеров дифракционных колец.* Если диаметр частиц  $d$  намного больше длины волны излучения  $\lambda$  и частицы непрозрачные, то форма индикатрисы рассеяния хорошо описывается приближенной формулой теории дифракции [7]

$$I(\varphi) = A\rho^4 \left( \frac{J_1(\rho\varphi)}{\rho\varphi} \right)^2, \quad (1)$$

где  $I$  – интенсивность рассеянного излучения;  $\rho = \frac{\pi d}{\lambda}$ ;  $\varphi$  – угол рассеяния;  $J_1(z)$  – функция Бесселя первого порядка. Угловые размеры дифракционных колец (положения минимумов и максимумов интенсивности) определяются нулями функции Бесселя

$$\varphi_k = p_k \frac{\lambda}{d}, \quad (2)$$

где  $p_1 = z_1/\pi = 1,22 - \text{min}$ ;  $p_2 = z_2/\pi = 1,64 - \text{max}$ ;  $p_3 = z_3/\pi = 2,22 - \text{min}, \dots$ ,  $z_1, z_2, z_3, \dots$  – корни функции  $J_1(z)$ .

Картину рассеянного света на экране фотографировали цифровой камерой. Чтобы высокая интенсивность луча лазера не влияла на величину экспозиции при фотографировании, луч проходил через отверстие в экране и поглощался черным телом.

Фотография картины рассеянного света (а) и график распределения яркости по диаметру (б), полученный после компьютерной обработки фотографии, представлены на рис. 2. Провал в центре графика распределения яркости связан с прохождением луча лазера сквозь отверстие в экране.

Темное кольцо на рис. 2, а – это область первого минимума функции  $I(\varphi)$ . Горизонтальная линия с делениями – шкала, нанесенная на экран для определения диаметров дифракционных колец. Расстояние между двумя большими деления равно 10 мм. Радиус темного кольца  $l_1$  равен 14 мм, так что

$$\varphi_1 = \arctg \frac{l_1}{L} = 0,0456 \text{ рад}, \quad d = p_1 \frac{\lambda}{\varphi_1} \approx 17 \text{ мкм}. \quad (3)$$

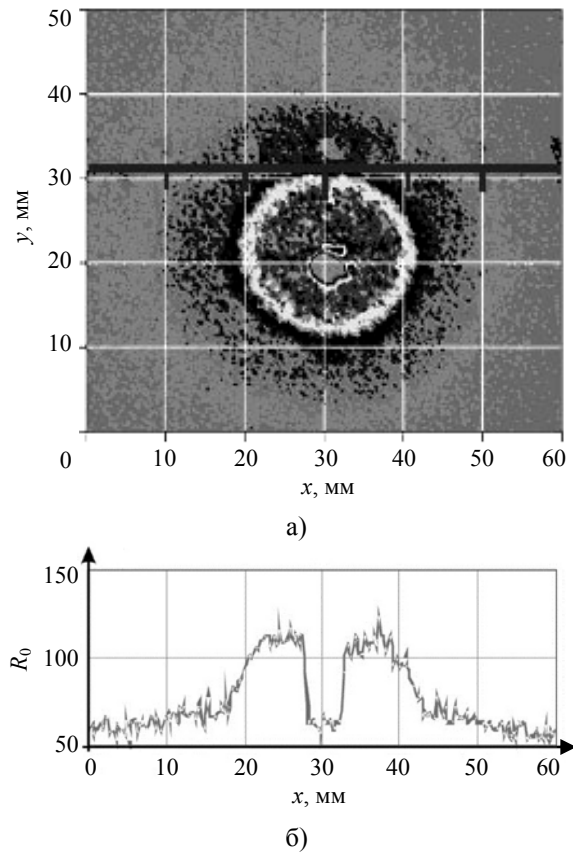


Рис. 2. Изображение картины рассеянного света (а) и распределение яркости в диаметральном сечении (б)

*Измерение ширины главного лепестка индикатрисы рассеяния.* Форма этого лепестка, при  $\rho \gg 1$ , хорошо описывается формулой (1). Для определения функции  $I(\varphi)$  по фотографии картины рассеянного излучения необходимо измерить амплитудную характеристику фотоаппарата, показывающую, как интенсивность падающего света  $I$  связана с яркостью изображения  $R$ . Для этого были сделаны фотографии световых пятен лазерного излучения различной интенсивности и определена соответствующая им яркость изображения на цифровой фотографии. Для изменения интенсивности излучения лазера использовался поляризатор. Согласно закону Малюса интенсивность излучения  $I$ , прошедшего через поляризатор, равна

$$I = I_0 \cos^2 \alpha, \quad (4)$$

где  $\alpha$  – угол между осью поляризатора и направлением электрического вектора падающего излучения;  $I_0$  – интенсивность падающего излучения. Зависимость яркости изображения  $R$  от угла  $\alpha$  показана на рис. 3. Тот факт, что график не опускается до нуля, объясняется неполной поляризацией лазерного излучения.

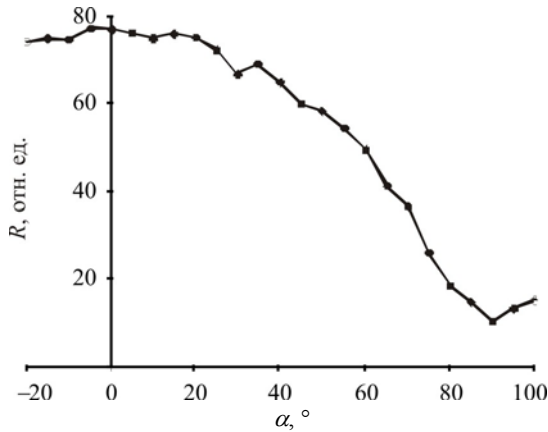


Рис. 3. Зависимость яркости изображения  $R$  от угла  $\alpha$  между осью поляризатора и направлением электрического вектора падающего излучения

Был выбран интервал углов  $0 \dots 90^\circ$  и построен график зависимости интенсивности лазерного излучения от яркости в относительных единицах (рис. 4). Эта зависимость была аппроксимирована степенной функцией

$$I = 2,13 \cdot 10^{-4} R^2. \quad (5)$$

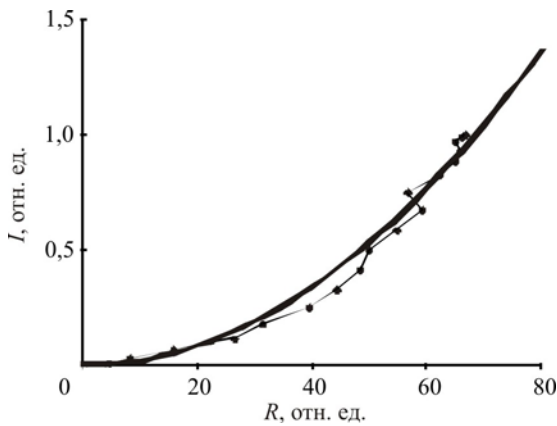


Рис. 4. Калибровочная кривая

Экспериментально измеренная форма индикатрисы рассеяния света частицами, полученная с использованием этой функции, показана на рис. 5 точками, а функция (1) с найденными при помощи метода наименьших квадратов значениями параметров  $A$  и  $\rho$ , показана сплошной линией.

Первый минимум индикатрисы рассеяния находится под углом  $\varphi = 0,056$  рад. Ему соответствует  $\rho = 68,8$ , так что диаметр частиц

$$d = \rho \frac{\lambda}{\pi} \approx 14,2 \text{ мкм}. \quad (6)$$

Микроскопический метод был применен для сравнения с результатами, полученными двумя предыдущими методами. Использовался окуляр-микрометр МОВ-1-15<sup>x</sup>, прокалиброванный с помощью камеры Горяева.

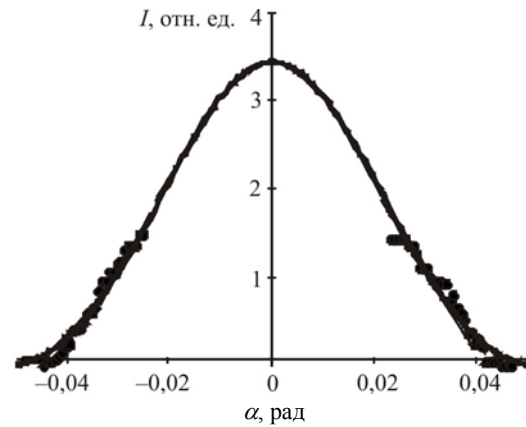


Рис. 5. Индикатриса рассеяния света

В таблице приведены результаты измерений размеров 10 частиц, выбранных случайно.

Результаты измерений размеров 10 случайных частиц

$n$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$d$ , мкм	20	14	24	16	21	15	13	18	20	15

Средний диаметр частиц был равным 18 мкм при разбросе значений 14...24 мкм.

**2. Погрешности измерений.** Погрешность определения диаметра частиц первым методом (по положению минимумов дифракционной картины) можно найти по правилам оценки погрешности результата косвенных измерений. Из формулы (3) следует, что

$$\frac{\Delta d}{d} = \sqrt{\left(\frac{\Delta \rho_1}{\rho_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \lambda}{\lambda}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \varphi_1}{\varphi_1}\right)^2}. \quad (7)$$

Значения первых двух погрешностей при  $\Delta \rho_1 = 0,0005$  и  $\Delta \lambda = 0,0005$  мкм получаются равными 0,04 и 0,08 % соответственно. Основной вклад дает погрешность измерения угла  $\varphi_1$ . Для ее оценки можно использовать приближенную формулу  $\varphi_1 = \frac{l_1}{L}$ , так как  $l_1 \ll L$ . Из нее следует,

что при  $\Delta l_1 = 1$  мм и  $\Delta L = 2$  мм

$$\frac{\Delta \varphi_1}{\varphi_1} = \sqrt{\left(\frac{\Delta l_1}{l_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta L}{L}\right)^2} \approx 7\%. \quad (8)$$

Из формул (7) и (8) следует, что  $\frac{\Delta d}{d} \approx 7\%$ , и результат можно записать так:  
 $d = 17 \pm 1$  мкм.

Основной вклад в погрешность результата вносит погрешность измерений радиуса дифракционного кольца  $l_1$ . Это вызвано шумами, различимыми на рис. 2, б и размытостью минимума, вызванной разбросом размеров частиц.

Погрешность результата измерений вторым методом (по форме главного лепестка индикатрисы рассеяния) в основном определяется не точностью измерения функции  $I(\varphi)$  и калибровочной функции  $I(R)$ .

Стандарты и официальные методики оценки погрешности измерения функции отсутствуют, поэтому была использована формула, рекомендуемая в работах по восстановлению изображений [8–10]:

$$\Delta_I = \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^N (I r_n - I \varphi_n)^2}{\sum_{n=1}^N (I \varphi_n)^2}} \cdot 100 \%, \quad (9)$$

где  $I\varphi$  – результаты экспериментального измерения формы индикатрисы рассеяния;  $I r$  – значения функции (1) в точках, где была измерена интенсивность рассеянного света;  $N$  – количество точек, в которых сравнивались функции  $I\varphi$  и  $I r$ .

Вычисления по формуле (9) дали значение  $\Delta_I \approx 13 \%$ .

Погрешность калибровочной функции определялась по формуле, аналогичной формуле (9)

$$\Delta_R = \sqrt{\frac{\sum_{m=1}^M (I_m - I \varphi_m)^2}{\sum_{m=1}^M (I \varphi_m)^2}} \cdot 100 \%, \quad (10)$$

где  $I\varphi$  – массив экспериментальных точек;  $I$  – массив точек, вычисленных с помощью аппроксимирующей функции (5). Формула дает значение  $\Delta_R \approx 8 \%$ .

Суммируя полученные погрешности, получим

$$\Delta = \sqrt{\Delta_I^2 + \Delta_R^2} = 15 \%$$

Погрешность определения параметра  $\rho$  имеет примерно то же значение. А так как погрешности величин  $\rho_1$  и  $\lambda$ , входящих в формулу (7) для вычислений диаметра частиц, намного меньше, то значение  $\frac{\Delta d}{d}$  также можно считать равным 15 %, следовательно, результат будет иметь вид

$$d = 14 \pm 2 \text{ мкм.}$$

Результаты измерений с помощью микроскопа, обработанные по правилам оценки случайной погрешности ряда прямых измерений при доверительной вероятности 0,95, дают  $d = 18 \pm 3 \text{ мкм.}$

**Выводы.** При измерении размеров микрочастиц может применяться цифровая обработка картины рассеянного света. Три исследованных метода дали результаты, согласующиеся между собой в пределах погрешностей.

Метод, основанный на измерении размеров дифракционных колец, применим при измерениях монодисперсных сред. Измерение формы индикатрисы рассеяния может дать информацию как о размерах частиц в монодисперсной среде, так и при обработке с помощью методов, используемых для этой цели [4–6], о функции распределения частиц по размерам в полидисперсной среде.

#### Библиографический список

1. *Аппельт Г.* Введение в методы микроскопических исследований / Г. Аппельт; пер. с нем. – М.: Мир, 1959. – 429 с.
2. *Цюрюпа Н. Н.* Практикум по коллоидной химии / Н. Н. Цюрюпа. – М.: Высш. школа, 1963. – 184 с.
3. *Ходаков Г. С.* Седиментационный анализ высокодисперсных систем / Г. С. Ходаков, Ю. П. Юдкин. – М.: Химия, 1981. – 192 с.
4. *Renliang Xu.* Particle characterization: light scattering methods / Xu Renliang. – N. Y., Boston, Dordrecht, London, Moscow: Academic Press, 2004. – 410 p.
5. *Методы светорассеяния в анализе дисперсных биологических сред* / В. Н. Лопатин, А. В. Приезжев, А. Д. Афонасенко и др. – М.: Физматлит, 2004. – 384 с.
6. *Measurement of 100 nm and 60 nm particle standards by differential mobility analysis* / G. W. Mulholland, M. K. Donnelly, Ch. R. Hadwood et al. // J. Res. Nat. Inst. Standards and Technology. – 2006. – 111, N 4. – P. 257–312.
7. *Шифрин К. С.* Рассеяние света в мутной среде / К. С. Шифрин. – М.–Л.: ГИТТЛ, 1951. – 288 с.
8. *Хермен Г.* Восстановление изображений по проекциям: основы реконструктивной томографии / Г. Хермен; пер. с англ. под ред. Л. М. Сороко. – М.: Мир, 1983. – 349 с.
9. *Fienup J. R.* Invariant error metrics for image reconstruction / J. R. Fienup // Appl. optics. – 1997. – 36, N 32. – P. 8352–8357.
10. *Губарени Н. М.* Вычислительные методы и алгоритмы малоракурсной компьютерной томографии / Н. М. Губарени. – Киев: Наук. думка, 1997. – 328 с.

*Рукопись поступила 11.06.2012.*

N. G. Kokodii, S. V. Lizogubenko, M. V. Kaydash

#### MEASUREMENT OF SIZE OF MICRO-PARTICLES BY OPTICAL METHOD WITH DIGITAL PROCECCING OF PICTURE OF LIGHT SCATTERING

The method to process the pattern of light scattering by micro-particles obtained by a digital camera is proposed. The object of the method is to measure size of small particles.

**Key words:** micro-particles, measuring, sizes, light, diffraction, digital method.

М. Г. Кокодій, С. В. Лизогубенко, М. В. Кайдаш

#### ВИМІРЮВАННЯ РОЗМІРІВ МІКРОЧАСТИНОК ОПТИЧНИМ МЕТОДОМ З ЦИФРОВОЮ ОБРОБКОЮ КАРТИНИ РОЗСІЯННЯ СВІТЛА

Запропоновано метод обробки картини розсіяння оптичного випромінювання микрочастинками, яку отримано за допомогою цифрового фотоапарата з метою вимірювання розмірів частинок.

**Ключові слова:** микрочастинки, вимірювання, розміри, світло, дифракція, цифровий метод.