

УДК 541.182.2/.3.06: 681.521.5

Черненко А.С.¹, Зинченко Ю.А.², Калинчак В.В.¹, Косолап Н.В.²

¹ Одесский национальный университет имени И.И.Мечникова, г. Одесса;

² ПАО Мариупольский металлургический комбинат имени Ильича, г. Мариуполь
E-mail: chernalex@ukr.net

Определение дисперсного состава и формы частиц методом цифровой микроскопии

Описан метод цифровой микроскопии, позволяющий определять счетное и массовое распределение по размерам частиц порошков, а также распределение их коэффициента формы. Автоматическая обработка распределений позволяет определить характеристики логарифмически-нормального и нормального распределений, распределений Роллера и Разина-Рамлера.

Высокоточное исследование дисперсности частиц в настоящее время основано на использовании лазерных счетчиков частиц [1-3]. В основе работы таких приборов лежат теории рассеяния света Фраунгофера и Ми. Теория Фраунгофера основана на дифракции на кромках частиц и, действительна только для полностью абсорбирующих частиц и малых углов рассеяния. Для размеров частиц в пределах длины волны излучения лазера и меньше используется теория Ми. Измеряемые частицы могут быть прозрачными или полностью адсорбирующими. Теория Ми описывает рассеяние излучения для всех пространственных направлений и устанавливает связь между амплитудой сигнала в данном направлении и размером частиц, длиной световой волны и показателем преломления частиц и среды. Поэтому для применения теории Ми должны быть известны показатель преломления и коэффициент поглощения пробы и несущей среды.

В основу работы анализатора дисперсности [4] положено прямое измерение размеров частиц по их тени, которая образуется при пересечении частицы тонкого светового (лазерного) луча.

Основным преимуществом таких анализаторов является быстрота получения результатов по большому числу фракций размеров частиц.

Классическим (прямым) методом проведения таких измерений является дисперсный микроскопический анализ. Частицы исследуемого порошка наносятся на прозрачную подложку (предметное стекло) и их размер определяется с помощью окулярной сетки оптического микроскопа. Недостатком такого метода, в первую очередь, является необходимость проведения измерения размеров большого числа частиц для получения реальной кривой распределения частиц по размерам. А это занимает достаточно много времени.

Резко увеличивается скорость микроскопического анализа при использовании видеокамеры (цифрового фотоаппарата), присоединенной к окуляру микроскопа.

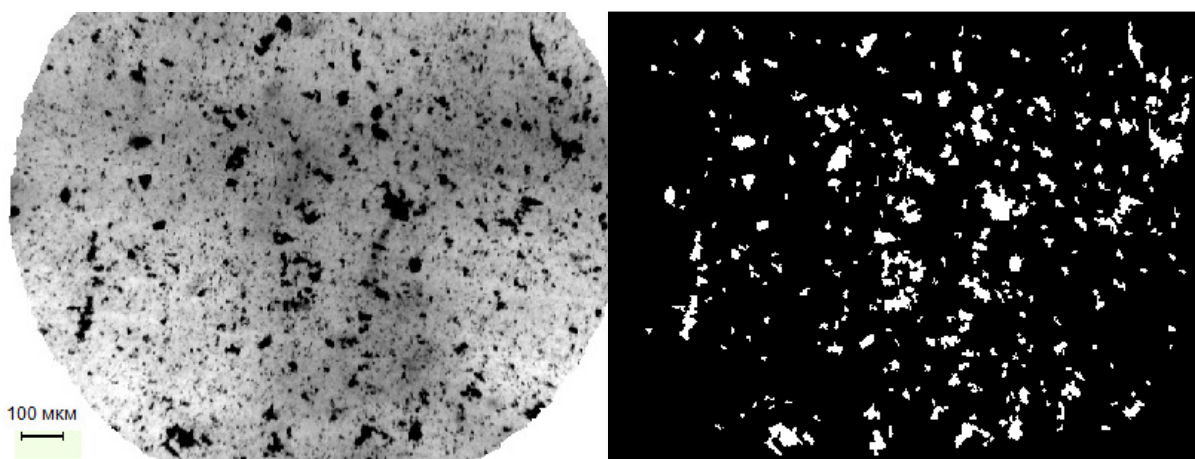


Рис. 1. Исходное и бинарное изображения порошка № 1 на подложке.

Форма частиц также является важной характеристикой частиц пыли. Анализатор [1] определяет форму «не слишком маленьких» частиц по отношению максимального к минимальному среднему размеру частицы. Использование же цифровой микроскопии позволяет определять форму частиц пыли по нескольким коэффициентам.

Целью данной работы стало определение дисперсности и формы частиц методом цифровой микроскопии на примере 2 порошков, используемых в различных технологиях доменного процесса.

Определение дисперсности методом цифровой микроскопии. В качестве объектов исследования были выбраны следующие порошки:

- № 1) пылеугольное топливо, которое вдувается в доменные печи в № 1- 5 ПАО «ММК имени Ильича»;
- №2) магнийсодержащий порошок, который используется в установке глубокой десульфурации чугуна.

Использование цифровой камеры или фотоаппарата позволяет ускорить процесс получения счетного распределения частиц по размерам методом дисперсного микроскопического анализа. Частицы наносятся равномерно на подложку. К окуляру двухокулярного микроскопа с общим увеличением 65x – x120. прикреплялась вебкамера. Сигнал подавался на компьютер, где производилась съемка и обработка результатов.

С целью обработки полученного изображения в пакете Matlab была создана программа, с помощью которой получают бинарное изображение. При этом на черном фоне получаем белые частицы (рис. 1).

Здесь особенно важным является выбор порога бинаризации, по которому и будет производиться распределение всей области видимости на фон (черный) и проекции частиц (белый). Программа предусматривает обработку только тех частиц, площадь проекций которых больше задаваемой величины и не пересекающих границы фотоизображения.

Программа определяет эквивалентный диаметр каждой частицы, как диаметр круга, площадь которого равна площади проекции данной частицы. В результате обработки выводится гистограмма дифференциального распределения.

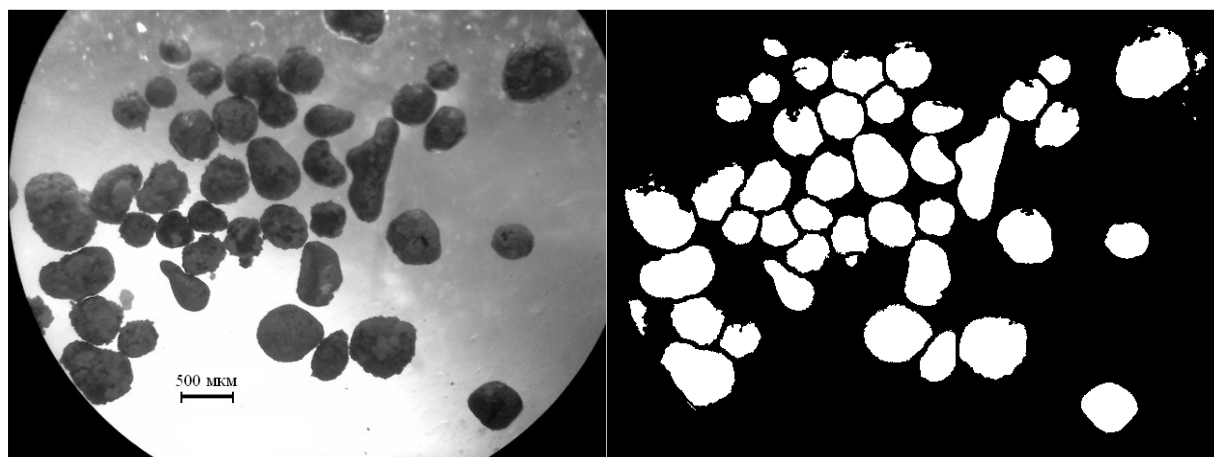


Рис. 2. Исходное и бинарное изображения порошка № 2 на подложке.

Для оптического увеличения $\times 80$ (рис.1) он составляет около 2-2.5 мкм на 1 пиксель.

Следует отметить, что данный метод позволяет определять и другие диаметры. Например, диаметр Ферета – расстояния между двумя касательными к контуру частицы в четко определенном положении. Говоря простыми словами, данный диаметр соответствует измерениям штангенциркулем.

Логарифмически нормальное распределение применимо к большинству аэрозолей и описывает счетное распределение [5,6]:

$$f(d) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot d \cdot \ln \beta} \exp \left[-\frac{(\ln d - \ln d_g)^2}{2 \ln^2 \beta} \right], \quad (1)$$

$$\ln d_g = \overline{\ln d}, \quad (\ln \beta)^2 = \overline{(\ln d - \ln d_g)^2},$$

где d_g – средний геометрический (медианный) размер частицы, представляющий одновременно размер частиц, по которому все количество частиц делится на равные части; β – стандартное геометрическое отклонение.

Зависимость $f(d)$ есть счетная дифференциальная кривая распределения размеров частиц, и показывает счетную долю числа частиц, размеры которых лежат в пределах $(d, d + \delta d)$, m^{-1} .

Для проверки на логнормальное распределение использовалась логарифмически вероятностная логарифмическая сетка (ось абсцисс – логарифм размера), позволяющая определить размеры частиц $d_{0.841}$, $d_{0.5}$, $d_{0.159}$. Они соответствуют диаметрам частиц, для которых доля частиц, размеры которых меньше данного, составляет 0.841, 0.5 и 0.159, соответственно. Определив экспериментально эти размеры, можно рассчитать β по формуле:

$$\beta = \frac{d_{0.841}}{d_{0.5}} = \frac{d_{0.5}}{d_{0.159}}.$$

Для порошка №2, как более крупного (рис.2), метод цифровой микроскопии работает значительно лучше и точнее. Наименьший размер частиц этого

порошка составлял 80 мкм, а наибольший – 1 мм. Счетное распределение по размерам проверялось на нормальное распределение [5,6]

$$f(d) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(d-d_a)^2}{2\sigma^2}\right]. \quad (2)$$

$$d_a = \bar{d}, \quad \sigma^2 = \overline{(d-d_a)^2},$$

где d_a – средний арифметический размер частиц, по которому все количество частиц делится на равные части; σ – дисперсия распределения.

Методика проверки на нормальное распределение (порошок № 2) сходна с проверкой на логнормальное распределение. Отличием является представление по оси размера частицы. В результате дисперсия распределения σ может быть рассчитана по формуле:

$$\sigma = \frac{d_{0.841}}{d_{0.5}} = \frac{d_{0.5}}{d_{0.159}}.$$

Полученное дифференциальное распределение частиц исследуемого порошка №1 (рис.3а) общей численностью 1250 частиц с размерами больше 10 мкм обрабатывалось в предположении логарифмически нормального распределения (1). Экспериментальные данные ложатся на прямую линию на вероятностно-логарифмической сетке, что позволило определить средний геометрический размер $d_g = 20.4$ мкм и стандартное геометрическое отклонение $\beta = 1.9$. Используя теневой метод определения дисперсности частиц [4] аналогичные параметры распределения равны $d_g = 26.9$ мкм и $\beta = 1.8$, что является вполне удовлетворительным результатом.

При вдувании пылеугольного топлива в фурменный очаг доменной печи необходимо, чтобы доля частиц меньше 80 мкм составляла 70-90%. При этом средний медианный размер частиц пыли обычно составляет 25-35 мкм [7-8]. Именно в этом случае удается достигнуть высокой полноты его сгорания в фурменной зоне.

Дифференциальное распределение частиц порошка № 2 (рис. 3b) общей численностью 300 частиц анализировалось на нормальное распределение (2). Средний арифметический размер частиц составил 443 мкм с дисперсией 99 мкм.

Ручная обработка результатов дифференциального распределения занимает достаточно большое время. Поэтому для существенного уменьшения времени получения характеристик распределения была создана специальная программа в пакете Mathcad.

Для обработки данных часто используют счетные и массовые интегральные функции распределения $F(d)$ и $G(d)$, показывающие долю частиц (по счету или массе), обладающие диаметром меньше данной величины d .

Распределение Роллера применяется к большому числу промышленных порошкообразных материалов и описывает массовое распределение [5,6]:

$$G(d) = a\sqrt{d} \exp\left(-\frac{s}{d}\right). \quad (3)$$

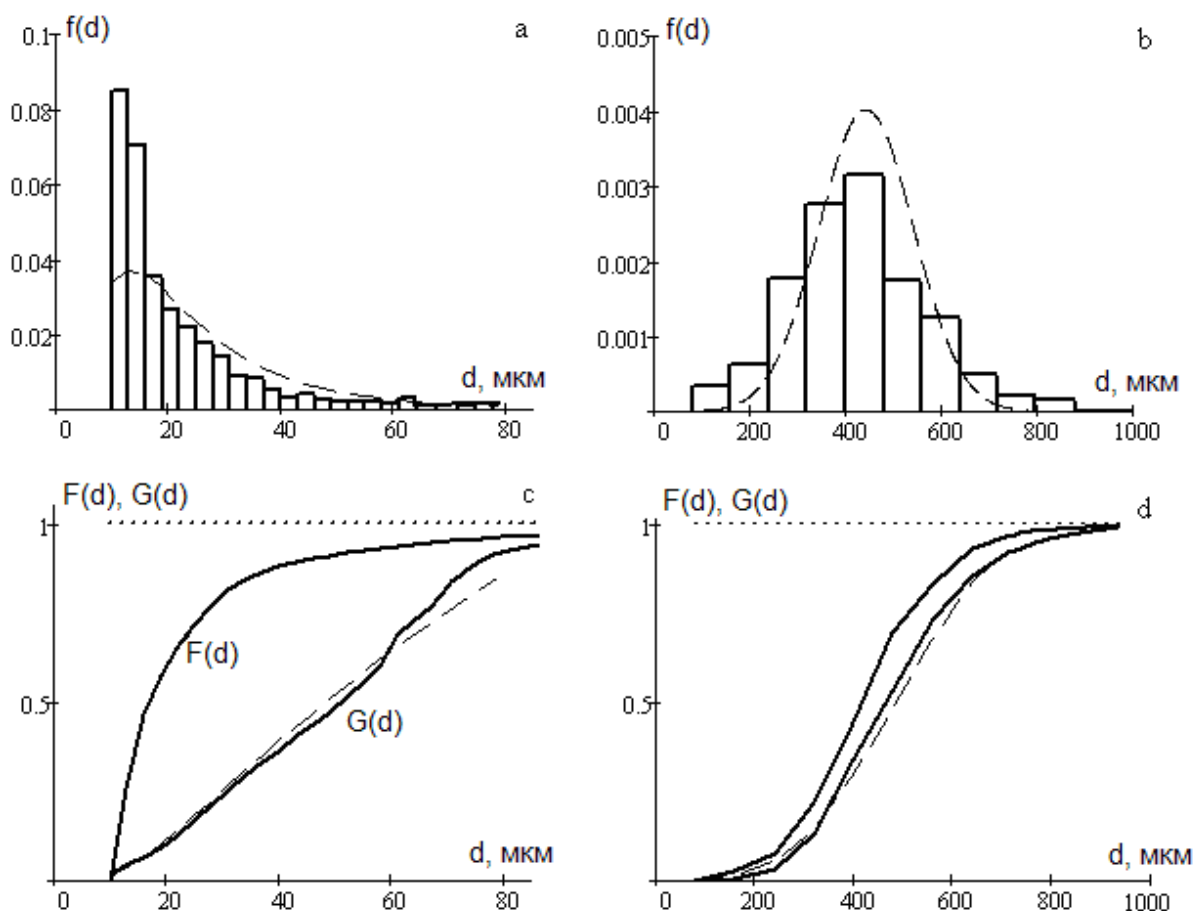


Рис.3. Гистограмма, дифференциальная (а, с), интегральная (b, d) счетная (F) и массовая (G) функции распределения частиц по размерам частиц порошка № 1 и № 2, соответственно. Пунктирные кривые:

- а) логнормальное распределение: $d_g = 20.4$ мкм, $\beta = 1.9$;
- б) нормальное распределение: $d_a = 443$ мкм, $\sigma = 99$ мкм;
- в) распределение Роллера: $a = 0.149$, $s = 35.0$ мкм;
- г) распределение Разина-Рамлера: $a = 2.7 \cdot 10^{-10}$ мкм $^{-s}$, $s = 3.5$.

Если отложить по оси абсцисс $1/r$, а по оси ординат $\ln(G(r)/\sqrt{r})$, то в случае применимости этой формулы экспериментальные точки должны лечь на одну прямую, по которой легко определить a и s .

Формула Разина-Рамлера применима к сравнительно грубодисперсной пыли [5,6]:

$$G(d) = 1 - \exp(ad^s). \quad (4)$$

В этом случае приходится подбирать такое значение s , при котором экспериментальные точки ложатся на прямую в координатах d^s и $\ln(G(d))$.

Таким образом, используя дифференциальное распределение частиц, нетрудно получить интегральные счетные и массовые функции распределения (рис. 3с, d). Для обработки массового распределения по размерам частиц использовалось общее число частиц. После задания этих значений программа автоматически для каждой фракции диаметров производит расчет массовой доли и строит интегральную массовую функцию распределения. Обратим внимание,

что знание плотности частиц для построения массовой функции распределения не нужно.

Обработка массовых интегральных функций распределения частиц проводилась для различных распределений. Для порошка №1, получаемого при измельчении в мельнице и последующей транспортировке в пылепроводе, проверка проводилась в предположении распределения Роллера (3). Для порошка № 2, как сравнительно грубодисперсного, использовалось распределение Разина-Рамлера (4).

Значения полученных характеристик распределений (3) и (4), а также сравнение расчетных и экспериментальных интегральных кривых указаны на рис. 3.

Определение формы частиц методом цифровой микроскопии. Используя пакет Matlab при цифровой обработке фотографии возможно получать не только площадь частиц в пикселях и соответствующий эквивалентный диаметр (диаметр круга, площадь которого равен площади рассматриваемой проекции частицы). Возможно, например, и определение максимальной и минимальной оси инерции данной проекции.

Принцип их определения основан на понятиях механики твердого тела. Пусть N – число пикселей, относящихся к объекту, а их множество в координатах $p(x, y)$, относящихся к объекту – Q . Тогда центр масс объекта на фотографии имеет координаты

$$x_c = \frac{1}{N} \sum_{p(x,y) \in Q} x \quad \text{и} \quad y_c = \frac{1}{N} \sum_{p(x,y) \in Q} y.$$

Если определить несколько вспомогательных величин:

$$U_x = \frac{1}{12} + \frac{1}{N} \sum_{p(x,y) \in Q} (x - x_c)^2, \quad U_y = \frac{1}{12} + \frac{1}{N} \sum_{p(x,y) \in Q} (y - y_c)^2,$$

$$U_{xy} = \frac{1}{12} + \frac{1}{N} \sum_{p(x,y) \in Q} (x - x_c)(y - y_c), \quad C = \sqrt{(U_x - U_y)^2 + 4U_{xy}^2}.$$

Тогда длины максимальной A_{\max} и минимальной A_{\min} осей инерции вычисляются как

$$A_{\max} = 2\sqrt{2}\sqrt{U_x + U_y + C}, \quad A_{\min} = 2\sqrt{2}\sqrt{U_x + U_y - C}.$$

Для математического описания формы объектов применяют различные коэффициенты формы.

Сферичность – отношение периметр эквивалентной окружности (той же площади) к реальному периметру. Чем меньше значение, тем более неправильную форму имеет частица. Это связано с тем, что неправильная форма частицы приводит к увеличению ее периметра.

В данной работе исследовались эксцентриситет и «коэффициент сферичности».

Эксцентриситет – эксцентриситет эллипса с главными моментами инерции, равными главным моментам инерции объекта:

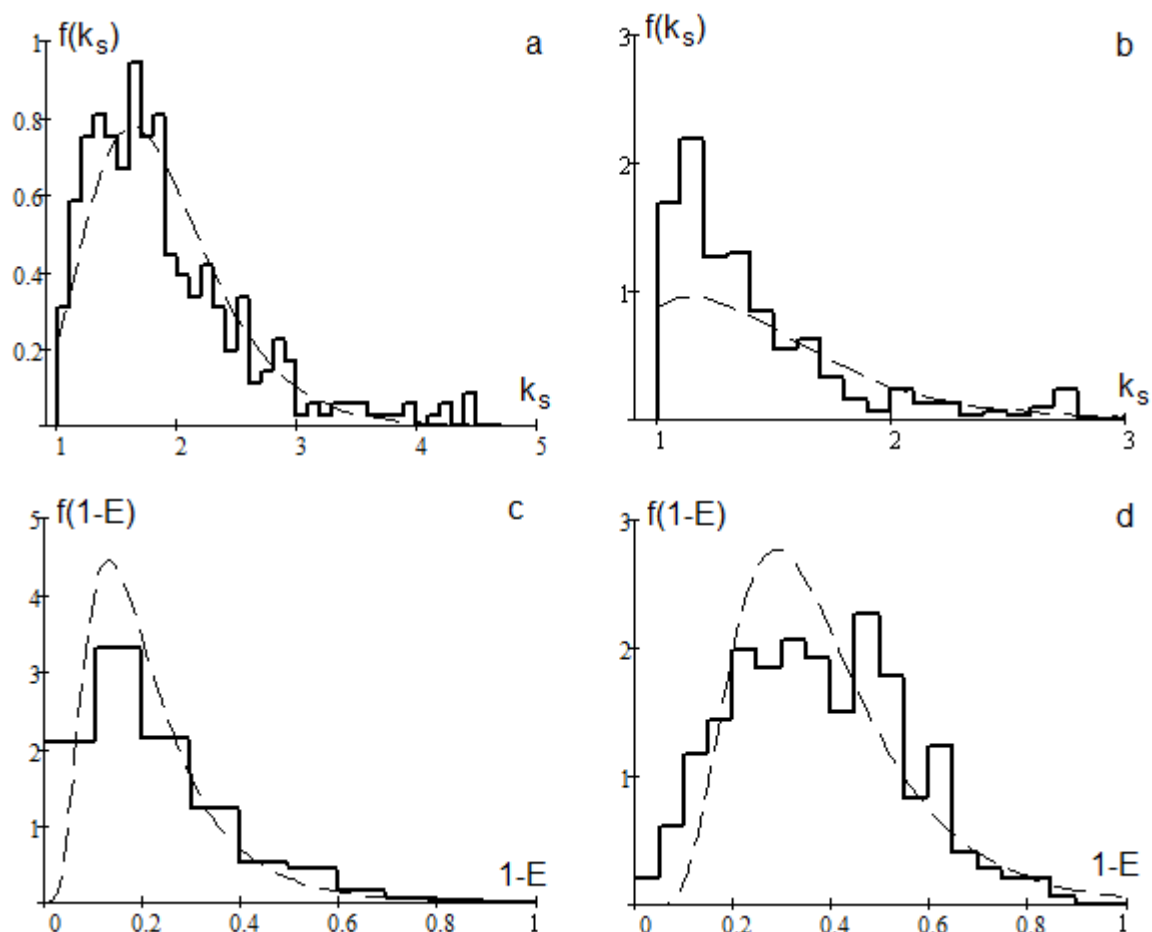


Рис.4. Дифференциальное распределение коэффициента сферичности $f(k_s)$ и эксцентриситета для частиц порошков №1 (а, в) и № 2 (б, г).

Пунктирные линии: логнормальное распределение

№ 1: $k_{Sg} = 1.77$, $\beta_S = 1.35$; $(1-E)_g = 0.18$, $\beta_E = 1.78$.

№ 2: $k_{Sg} = 1.29$, $\beta_S = 1.42$; $(1-E)_g = 0.35$, $\beta_E = 1.57$.

$$E = \frac{2\sqrt{(0.5A_{\max})^2 - (0.5A_{\min})^2}}{A_{\max}} = \sqrt{1 - \frac{A_{\min}^2}{A_{\max}^2}}$$

Область значений лежит в пределах от 0 до 1. Значение 0 соответствует окружности, 1 – сильно вытянутому эллипсу (параболоиду). Т.е. чем выше эксцентриситет, тем более вытянутая частица.

«Коэффициент сферичности» – отношение длины максимальной оси к длине минимальной оси инерции:

$$k_s = \frac{A_{\max}}{A_{\min}}$$

Для окружности он равен единице. Чем выше коэффициент сферичности, тем больше его отклонение от сферы.

В результате цифровой обработки фотографии получены дифференциальные функции распределения для коэффициента сферичности и эксцентриситета (рис.4). Для функции распределения по коэффициенту сферичности проводилась проверка на логарифмически нормальное распределение. В результате по-

казана возможность такого описания и определены его характеристики. Для порошков № 1 и № 2 среднее геометрическое значение коэффициента сферичности (в данном случае и медианного) равны 1.77 и 1.29, соответственно. Более сферическая форма частиц порошка № 2 подтверждается и визуальными наблюдениями (рис. 2). Эксцентриситет, который соответствует таким значениям коэффициента сферичности, равен 0.83 и 0.63.

Видно, что использование эксцентриситета как коэффициента сферичности частиц удобно лишь для частиц близких к сферическим. Так при отношении максимальной и минимальной осей инерции в 1.1 эксцентриситет равен 0.42. Для более грубых по форме частиц эксцентриситет близок к единице.

Не смотря на это, исходя из смещения дифференциального распределения по эксцентриситету E в сторону значений близких к единице, было проанализировано распределение по величине $(1-E)$. В результате проверки на логарифмически нормальное распределение (рис. 4с,d) найдено среднее значение эксцентриситета для частиц порошков №1 и № 2, соответственно, $E = 0.82$ и 0.65 .

Выводы:

Таким образом, методом цифровой микроскопии были получены дифференциальные и интегральные функции распределения порошков, применяемых в различных технологиях доменного производства. Использование Matlab и Mathcad, позволило в считанные минуты получать характеристики логарифмически-нормального и нормального распределений, распределений Роллера и Разины-Рамлера.

Для описания формы частиц введен коэффициент сферичности, как отношение максимальной к минимальной оси инерции проекции частиц. Этот коэффициент также подчиняется логнормальному распределению.

Литература:

1. <http://www.fritsch.com.ru/>
2. <http://www.retsch-technology.com/>
3. <http://www.stauff.com/>
4. Калугин В.В., Контуш С.М., Гимп А.В., Машненко К.П. Измерение дисперсности порошков с помощью автоматизированной системы определения дисперсности АСОД-300 // Физика аэродисперсных систем. – 2011. – № 48. – С. 118-124.
5. Беляев С.П., Никифорова Н.К., Смирнов В.В., Щелчков Г.И. Оптико-электронные методы изучения аэрозолей. – М.: Энергоиздат, 1981. – 232 с.
6. Фукс Н.А. Механика аэрозолей. – М.: Изд. АН СССР, – 1955, – 352с.
7. Кочура В. В., Ярошевский С. Л., Купенко В. И., Мишин И. В. Методика определения степени сгорания пылеугольного топлива в доменных печах // Металлург. – 2013. – №8. – С. 26-34.
8. Кочура В.В., Ярошевский С.Л., Брага В.В. Исследование и оптимизация фракционного состава пылеугольного топлива, вдуваемого в горн доменных печей ПрАО «Донецксталь» - металлургический завод // Научные труды ДонНТУ. Металлургия. – 2011. – № 13. – С. 44-53.

Черненко О.С., Зінченко Ю.А., Калінчак В.В., Косолап Н.В.

Визначення дисперсного складу і форми частинок методом цифрової мікроскопії

Описаний метод цифрової мікроскопії, що дозволяє визначати кількісний і масовий розподіл по розмірам частинок порошків, а також розподіл їх коефіцієнта форми. Автоматична обробка розподілів дозволяє визначити характеристики логарифмічно-нормального і нормального розподілів, розподілів Роллера та Разіна-Рамлера.

Chernenko A.S., Zinchenko Y.A., Kalinchak V.V., Kosolap N.V.

Determination of granulometric composition of powders by digital microscopy

Digital microscopy method, which allows to determine countable and mass particle size distribution of powders, as well as their form coefficient distribution, is described. Automatic processing of distributions allows to determine the parameters of normal and log-normal distributions, distributions of Roller and Rasin-Ramler.