

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений. Характеристики кинетические вязких сред. Методика выполнения измерений с помощью голографической интерферометрии

РД 50-471-84

Москва
Издательство стандартов
1984

Разработан Государственным комитетом СССР по стандартам.

Исполнители: М.Д.Гурари, И.Н.Гусева, В.И.Кухтевич,
С.В.Мамакина, В.И.Сачков, Б.М.Степанов

Внесен Государственным комитетом СССР по стандартам

Член Госстандарта Л.К.Исаев

Утвержден и введен в действие Постановлением Государст-
венного комитета СССР по стандартам от 31 мая 1984 г. № 1807

УДК 778.30:658.562:006.359

РУКОВОДЯЩИЙ НОРМАТИВНЫЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

РД 50-471-84

Государственная система обеспечения единства измерений. Характеристики кинетические вязких сред. Методика выполнения измерений с помощью голографической интерферометрии

Введен впервые

Утверждены Постановлением Госстандарта от 31 мая 1984 г.
№ 1807, срок введения установлен с 1 июля 1985 г.

Настоящие методические указания устанавливают метод измерений модуля нормированной функции автокорреляции поля рассеянного излучения в диапазоне времен корреляций ($6-10^6$) с.

Назначение метода - исследование подвижности микроструктуры светорассеивающих сред с характерными временами ($10-10^6$) с. Метод позволяет по результатам измерений определять кинетические характеристики исследуемых объектов: коэффициент диффузии, время релаксации, скорость протекания неравновесных и равновесных процессов.

Метод распространяется на полимеры; среды, содержащие во взвешенном состоянии броуновские частицы; биологические среды; жидкие кристаллы и т.д.

1. УСЛОВИЯ И СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

1.1. При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия: температура окружающего воздуха (20 ± 4) °С; давление (100 ± 4) кПа; влажность воздуха (60 ± 15) %; напряжение питающей среды (220 ± 4) В; частота питающей сети 50 Гц с допускаемыми отклонениями по ГОСТ 13109-67.



Издательство стандартов, 1984

1.2. При измерениях должна быть обеспечена возможность затемнения помещения.

1.3. При выполнении измерений должны быть применены средства измерений и устройства, приведенные в приложении 1.

1.4. Основным средством измерений является голографический корреляционный спектрометр (ГКС) - см. СМ II.00.00.000 ТО.

2. Метод измерений

2.1. Метод измерений корреляционной функции поля рассеяния основан на интерферометрическом сравнении структуры волнового фронта рассеянного излучения в некоторый фиксированный (начальный) момент времени с его структурой в последующие моменты времени.

2.2. Реализующее этот метод средство измерений - ГКС обеспечивает измерение модуля временной нормированной функции автокорреляции поля рассеянного излучения в диапазоне времен корреляций ($6-10^6$)с.

2.3. ГКС представляет собой голографический интерферометр реального времени с фазовой модуляцией одного из интерферирующих лучей и фотополупроводниковой системой измерения контраста интерференционной картины на частоте фазовой модуляции. Оптическая схема ГКС представлена на рис.1, а на рис.2 приведена блок-схема системы обработки тока ФЭУ.

Выходной сигнал ГКС, записанный на ленте автоматического самопишущего потенциометра, - непрерывная временная зависимость модуля нормированной автокорреляционной функции поля рассеянного излучения.

3. Требования к квалификации операторов и к технике безопасности

3.1. К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию инженера и знакомые с правилами эксплуатации ГКС и газовых лазеров ЛГ-52. Они должны иметь квалификацию не ниже группы III по технике безопасности при эксплуатации электроустановок с напряже-

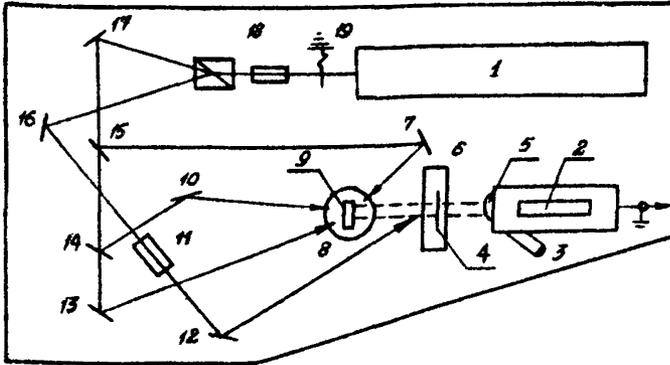


Рис. I. Оптическая схема ИКС

I - лазер; 2 - фотодетектор; 3 - визуализатор; 4 - фотопластика (голограмма); 5 - объектив; 6 - фотопроявляющее устройство; 7, 10, 12, 13, 16, 17 - неподвижные зеркала; 8 - камера для закрепления объекта; 9 - исследуемый объект; II - фазовый модулятор; 14, 15 - подвижные зеркала; 18 - светоделитель; 19 - затвор.

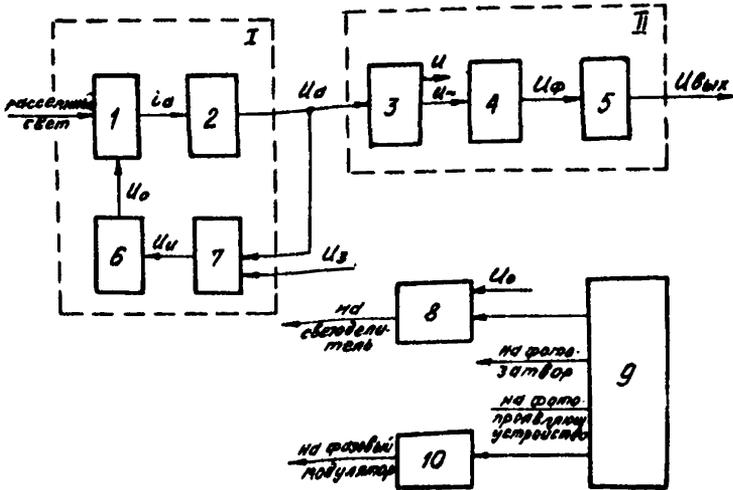


Рис.2. Блок-схема системы обработки тока ФЭУ

- I - контур стабилизации тока ФЭУ; II - измерительный тракт;
 1 - ФЭУ; 2 - предварительный усилитель; 3 - разделитель;
 4 - фильтр НЧ; 5 - детектор; 6 - источник высокого напряжения I;
 7 - интегратор; 8 - источник высокого напряжения 2;
 9 - программный коммутатор; 10 - генератор пилы.

нием свыше 1000 В и быть подготовлены в соответствии с "Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей" - ПТЭ и ПТБ (Атомиздат, 1970).

3.2. При подготовке и выполнении измерений следует руководствоваться общими правилами безопасности в соответствии с ГОСТ 12.2.003-74.

4. Подготовка к выполнению измерений

4.1. Перед выполнением измерений модуля нормированной функции автокорреляции поля рассеянного излучения должны быть проведены следующие работы: проверка комплектности используемых средств измерений; подключение автоматического самопишущего потенциометра; присоединение шлангов термостата к камере для закрепления исследуемого объекта; подготовка фотопластинок, проявителя и фиксажа согласно инструкции по эксплуатации ГКС; заполнение соответствующих резервуаров фотопроявляющего устройства ГКС водой, проявителем и фиксажем; подключение приборов к сети, прогрев приборов согласно требованиям их инструкций по эксплуатации; соединение сливного шланга фотопроявляющего устройства с пустым резервуаром.

4.2. Внешний осмотр аппаратуры

При внешнем осмотре должно быть установлено: отсутствие дефектов оптических элементов; наличие защитного заземления; наличие жидкости в баке термостата; отсутствие дефектов в заземляющих проводах и соединительных кабелях; наличие растворов в резервуарах фотопроявляющего устройства; надежность защиты от вибраций; наличие непрерывного излучения газового лазера ДГ-52.

4.3. Опробование

При опробовании должны быть выполнены следующие операции: проверка надежности крепления оптических элементов; проверка функционирования двигателей, управляющих клапанами фотопроявляющего устройства; проверка перемещения подвижных зеркал оптической схемы; проверка наличия циркуляции жидкости в системе термостатирования исследуемого объекта; проверка функционирования диаграммы автоматического потенциометра.

5. Выполнение измерения

5.1. Измерение модуля нормированной функции автокорреляции поля рассеянного объектом излучения проводят в следующем порядке.

5.1.1. Помещают исследуемый объект в камеру 8 (см.рис.1).

5.1.2. Выбирают угол, под которым будут измерять рассеянное излучение (предусмотрены углы 5° , 23° , 144°), руководствуясь выводами п.6А. Устанавливают выбранный угол с помощью подвижных зеркал I4 и I5 (перемещение зеркал вверх-вниз соответствует их вводу-выводу с траектории падающего на объект лазерного луча): если введено (поднято) зеркало I5, то луч направляется на объект зеркалом 7, что соответствует углу рассеяния $144^{\circ}(\pm 0,5^{\circ})$; если зеркало I5 опущено, а введено (поднято) зеркало I4, то луч направляется на объект зеркалом I0, что соответствует углу $5^{\circ}(\pm 0,5^{\circ})$; наконец, если оба зеркала I4 и I5 опущены, то объектный луч направляется зеркалом I3, что соответствует углу 23° .

5.2. Для проведения измерений при температуре, отличной от комнатной, включают нагрев камеры объекта от термостата, предварительно установив его на нужную температуру, и прогревают объект.

5.3. Ручкой "светоделитель", расположенной на передней панели блока управления ГКС, устанавливают соотношение интенсивностей опорного $I_{оп}$ и объектного $I_{об}$ лучей, соответствующее записи голограммы $I_{оп} \approx (6-10) I_{об}$. Для этого производят приблизительную оценку интенсивностей опорного и объектного лучей в плоскости входного окна фотопроявляющего устройства (например, с помощью фотодиода).

5.4. Подбирают оптимальное время экспонирования фотопластины, для чего:

устанавливают переключатель "экспозиция" блока управления (БУ) в среднее положение;

перекрывают затвором лазерное излучение с помощью переключателя "затвор" БУ;

затемняют помещение;

помещают фотопластинку в камеру 6 фотопроявляющего устройства светочувствительным слоем внутрь;

нажимают кнопку "пуск" БУ - автоматическое устройство обеспечит экспонирование, химическую обработку фотопластинки, включение установки на измерения;

включают освещение и визуально оценивают плотность почернения фотопластинки;

повторяют операции по п.5.4 при других положениях переключателя "экспозиция" до получения нормальной плотности почернения фотопластинки.

5.5. Включают тумблеры "диаграмма" и "прибор" автоматического потенциометра.

5.6. Получают голограмму при оптимальном времени экспонирования с помощью операций по п.5.4 (время получения голограммы от момента нажатия кнопки "пуск" до момента начала измерений равно времени экспонирования плюс 6 с). Свидетельством того, что голограмма получена, является появление сигнала на автоматическом потенциометре, подключенном к выходу ГКС.

5.7. После появления выходного сигнала вращением ручки "светоделитель" БУ устанавливают максимальное попятание пера самопишущего потенциометра.

5.8. Включают освещение. На движущейся диаграммной ленте потенциометра регистрируют выходной сигнал ГКС-временную зависимость модуля нормированной функции автокорреляции поля рассеянного исследуемым объектом излучения (диапазону значений нормированной функции (0-1) соответствуют значения выходного сигнала $(0-10) \cdot 10^{-3} В$).

5.9. После окончания измерений нажимают кнопку "стоп" БУ, чем обеспечивают промывание водой киветы фотопроявляющего устройства.

5.10. Открывают камеру фотопроявляющего устройства и удаляют отработанную фотопластинку - установка готова к следующему измерению.

6. Обработка результатов измерений

6.1. Относительная приведенная погрешность измерений модуля нормированной функции автокорреляции поля рассеянного излучения, гарантируемая при соблюдении требований данной методики, не превышает 3 % в диапазоне времен корреляций ($6 \cdot 10^6$) с.

6.2. Для интерпретации результатов измерений и определения характеристик исследуемой среды необходимо рассчитать временную корреляционную функцию поля излучения, рассеянного объектом (совокупностью рассеивающих центров, находящихся в пределах апертуры регистрируемого рассеянного излучения), и сопоставить расчетную функцию с измеренной. Пример расчета зависимости автокорреляционной функции поля рассеянного излучения от времени приведен в справочном приложении 2.

6.3. В простейшем случае, когда исследуемый объект соответствует модели рассеяния света на идентичных рассеивающих центрах, совершающих диффузионное перемещение, расчет временной нормированной автокорреляционной функции поля рассеянного излучения приводит к выражению

$$g(\tau) = e^{-K^2 D \tau}, \quad (1)$$

где $K = 4\pi n_0 / \lambda \sin \theta / 2$ - модуль вектора рассеяния (n_0 - показатель преломления среды, заполняющей рассеивающий объем; λ_0 - длина волны падающего света в вакууме;

θ - угол рассеяния); D - коэффициент диффузии рассеивающих центров; τ - время.

Обработка результата измерений $g(\tau)$ (рис.3) сводится в этом случае к построению зависимости от времени величины $\ln g(\tau)$, линейная аппроксимация которой дает наклон, равный $K^2 D$. Учитывая, что

$$K^2 = 7,5 \cdot 10^7 \text{ 1/см}^2 \quad (2)$$

для угла рассеяния $\theta = 5^\circ$,

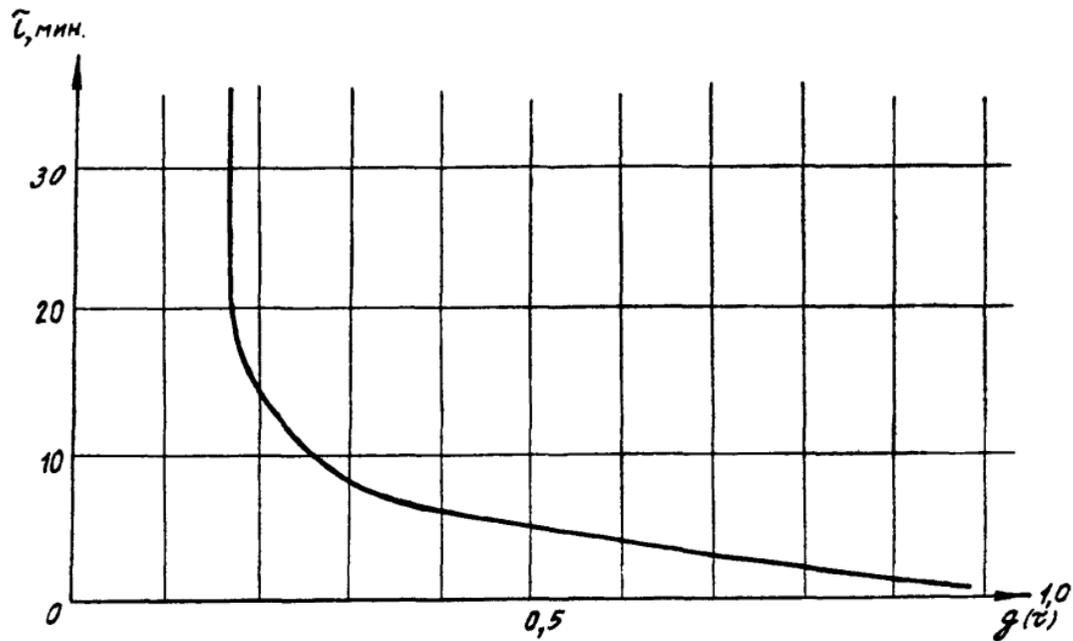


Рис.3. Результат измерения автокорреляционной функции

$$K^2 = 1,85 \cdot 10^9 \quad 1/\text{см}^2 \quad \text{для } \theta = 23^\circ, \quad (3)$$

$$K^2 = 3,58 \cdot 10^{10} \quad 1/\text{см}^2 \quad \text{для } \theta = 144^\circ \quad (4)$$

по найденному наклону легко определить коэффициент диффузии D .

Дополнительную информацию можно получить, используя найденное значение D и формулу Стокса-Эйнштейна

$$D = \frac{kT}{6\pi\eta r_h}, \quad (5)$$

где k - постоянная Больцмана; T - температура среды во время измерений; η - вязкость; r_h - гидродинамический радиус рассеивающих частиц.

Такие сопоставления позволяют судить о степени сольватации или определять вязкость среды, соответствующую масштабу движущихся частиц (рассеивающих центров).

6.4. Из приведенных в формулах (2)-(4) значений K^2 и зависимости $g(\tau)$ по формуле (1) видно, что наличие в приборе ГКС трех углов рассеяния позволяет перекрыть широкий диапазон времен корреляций исследуемых процессов, причем угол $\theta = 5^\circ$ обеспечивает исследование "быстрых" процессов, в то время как угол $\theta = 144^\circ$ предназначается для исследования более "медленных" процессов. Этими выводами следует руководствоваться при выборе угла рассеяния для проведения конкретных исследований.

Приложение I
Справочное

Средства измерений, материалы и вспомогательные устройства, необходимые при проведении измерений

Газовый (гелий-неоновый) оптический квантовый генератор ЛГ-52-I по ТУ 3.976.000.

Голографический корреляционный спектрометр по СМ II.00.00.000 ПС.

Автоматический потенциометр типа КСП-4 по ГОСТ 7164-78.
Фотопластинки "Микрат ДСИ-2" по ГОСТ 10691-1-73.

Проявитель, приготовленный по рецепту: сульфит натрия - 80 г; фенидон - 0,2 г; гидрохинон - 3,2 г; едкое кали - 4,8г; роданистый аммоний - 8 г; вода (20-25)⁰С - 400 мг.

Фиксаж по ОСТ 6-1773-73.

Термостат "СЖМД-19/2" по ТУ 16.531.593-76 - для проведения исследований процессов при температурах, отличных от комнатной.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-72.

Фонарь фотолабораторный по ТУ 2.424.020. .

Кроме перечисленных допускается использование других средств измерений, имеющих аналогичные или лучшие характеристики.

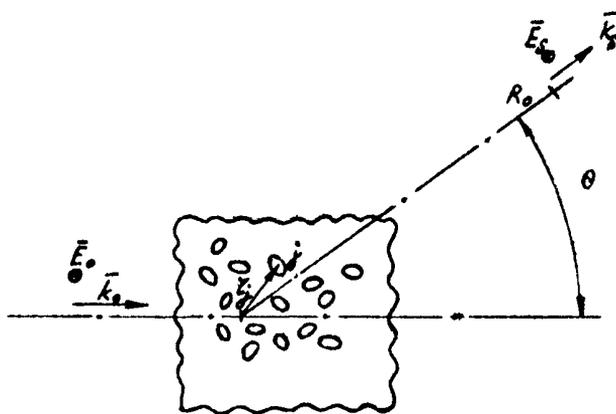
Расчет временной автокорреляционной
функции поля рассеянного излучения

Наиболее общий вариант задачи иллюстрирован на рисунке. Падающий свет (плоская монохроматическая линейно-поляризованная волна) проходит через рассеивающий объект, в котором содержатся рассеивающие элементы (j). Эти элементы могут быть различными объектами, такими как макромолекулы, клетки, частицы наполнителя или части более крупных структур. Рассеянное поле наблюдается в удаленной точке R_0 . Если пренебречь эффектами, связанными с многократным рассеянием, и предположить, что каждый рассеивающий элемент независимо взаимодействует с падающим светом, то рассеянный сигнал можно представить в виде простой суммы вкладов от отдельных рассеивателей.

В общем случае рассеянный свет состоит из двух компонент. Одна компонента соответствует свету, поляризованному перпендикулярно плоскости рассеяния (т.е. плоскости, содержащей волновые векторы падающего и рассеянного света \vec{k}_0 и \vec{k}_s) и обозначенному \vec{E}_s . Вторая компонента, соответствующая свету, поляризованному в плоскости рассеяния, называется деполаризованной компонентой \vec{E}_s^N . Поляризованную и деполаризованную компоненты рассеянного света можно записать в виде

$$\begin{aligned} \vec{E}_s &= \sum_j \vec{E}_j = \sum_j A_j e^{i\varphi_j} e^{-i\omega_0 t} , & (I) \\ \vec{E}_s^N &= \sum_j \vec{E}_j^N = \sum_j A_j^N e^{i\varphi_j^N} e^{-i\omega_0 t} , \end{aligned}$$

где A_j и A_j^N - амплитуды поляризованной и деполаризованной компонент рассеянного света, обусловленные j -м рассеивающим элементом, а φ_j - соответствующая фаза. Если для рассеивающего элемента, расположенного в начале координат положить



Геометрия рассеяния света в объекте

$\varphi = 0$, то

$$\varphi_j = (\bar{k}_0 - \bar{k}_s) \cdot \bar{r}_j = \bar{K} \bar{r}_j.$$

Здесь $\bar{K} = \bar{k}_0 - \bar{k}_s$ - волновой вектор рассеяния, причем $|\bar{k}_0| \approx |\bar{k}_s|$, так что

$$|K| = |k_0 - k_s| \approx 2k_0 \sin \theta/2 = \frac{4\pi n_0}{\lambda_0} \sin \frac{\theta}{2}, \quad (2)$$

где λ_0 - длина волны падающего света в вакууме, n_0 - показатель преломления рассеивающей среды.

Тогда поляризованная компонента записывается в виде

$$E_s = \sum_j a_j(t) e^{i\bar{K} \bar{r}_j(t)} e^{-i\omega_0 t}. \quad (3)$$

Аналогичное выражение можно написать для E_s^N .

Амплитуда рассеяния a_j , обусловленная j -м рассеивающим элементом, может изменяться во времени, если изменяется сама структура элемента или если он обладает оптической анизотропией и его ориентация меняется со временем. Фазовый множитель $\exp[i\bar{K} \bar{r}_j]$ будет изменяться со временем при движении центра масс рассеивающего элемента.

Автокорреляционную функцию поля

$$G^{(1)}(\tau) = \langle E_s^*(t) E_s(t+\tau) \rangle \quad (4)$$

можно определить, используя конкретную модель для амплитуд и фазовых множителей, входящих в выражение (3).

Простейшим примером может служить модель рассеяния света на идентичных рассеивающих центрах, совершающих диффузное перемещение в растворе.

Если в рассеивающем объеме содержится N идентичных сферических рассеивателей, то предполагая стационарность процесса, можно записать автокорреляционную функцию в виде

$$G^{(1)}(\tau) = \left\langle \sum_{j=1}^N a e^{-i\bar{K} \bar{r}_j(0)} \sum_{j=1}^N a e^{i\bar{K} \bar{r}_j(t)} \right\rangle e^{-i\omega_0 t}. \quad (5)$$

Когда положение различных рассеивающих центров не коррелировано, то перекрестный член в выражении (5) исчезает и следовательно (опуская ненужные теперь индексы j и j')

$$G^{(1)}(\tau) = N|A|^2 \langle e^{i\bar{k}[\bar{z}(\tau) - \bar{z}(0)]} \rangle e^{-i\omega\tau}. \quad (6)$$

В выражении (6) среднее по ансамблю можно записать в виде

$$\langle e^{i\bar{k}[\bar{z}(\tau) - \bar{z}(0)]} \rangle = \int G_s(\bar{R}, \tau) e^{i\bar{k}\bar{R}} d^3R, \quad (7)$$

где $G_s(\bar{R}, \tau)$ - условная вероятность того, что частица, расположенная в начале координат в момент времени $t = 0$, переместится в положение \bar{R} за время τ (G_s является "собственной" частью пространственно-временной функции Ван Хова).

Для свободной и изотропной диффузии функция удовлетворяет уравнению

$$\frac{\partial G_s}{\partial \tau} = \mathcal{D} \nabla^2 G_s, \quad (8)$$

где \mathcal{D} - коэффициент диффузии, тогда

$$G^{(1)}(\tau) = N|A|^2 e^{-\mathcal{D}k^2\tau} e^{-i\omega\tau}. \quad (9)$$

Голографический корреляционный спектрометр позволяет измерять модуль нормированной автокорреляционной функции поля, т.е.

$$g(\tau) = \left| \frac{G^{(1)}(\tau)}{\langle |E_s(0)|^2 \rangle} \right|. \quad (10)$$

Согласно выражению (9) функция $g(\tau)$ для рассматриваемого примера имеет вид

$$g(\tau) = e^{-k^2\mathcal{D}\tau} \quad (11)$$

В приведенном примере рассмотрена простейшая модель рассеивающей среды и движения рассеивателей, представляющая интерес сама по себе и служащая отправной точкой при решении

ряда других проблем. При проведении анализа результатов в реальных экспериментах могут встретиться сложные ситуации, которые потребуют привлечения теорий, развитых в работах по светорассеянию.

В любом случае выбор модели, описывающей среду и поведение рассеивающих центров, теоретическое построение функции $g(\tau)$ с учетом формы наблюдаемого рассеивающего объема и его ориентации относительно вектора рассеяния позволят по результатам измерения временной зависимости $g(\tau)$ определить кинетические параметры исследуемой среды.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений. Характеристики кинетические вязких сред. Методика выполнения измерений с помощью голографической интерферометрии.

РД 50- 471-84

Редактор Н.А. Еськова

Н/К

Подписано в печать 21.09.84 Т - 18166

Формат 60x90 I/16. Печать офсетная. Бумага офсетная. 1,25ц.л.

1,25 усл. кр.-отт. 0,72 уч.изд. л. Тираж 500 экз. Заказ № 6591

Изд. № 8275/04. Цена 5коп.

Ордена "Знак Почета" Издательство стандартов, 123840, Москва,

Новопресненский пер., 3

Типография "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6