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

gost.e-ecolog.ru

Разработан Государственным комитетом СССР по стандартам.

Исполнители: М.Л.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 Государственного комитета СССР по стандартам от 31 мая 1984 г. № 1807

УДК 778.30:658.562:006.359

РУКОВОДЯЩИЙ НОРМАТИВНЫЙ ДОКУМЕНТ

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

РД 50-471-84

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 ($6\text{-}10^6$) с.

Назначение метода - исследование подвижности микроструктуры светорассеивающих сред с характерными временами ($10\text{-}10^6$)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)$^{\circ}$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.

(С) Издательство стандартов, 1984

I.2. При измерениях должна быть обеспечена возможность затемнения помещения.

I.3. При выполнении измерений должны быть применены средства измерений и устройства, приведенные в приложении I.

I.4. Основным средством измерений является голографический корреляционный спектрометр (ГКС) - см. СМ II.00.00.000 ТО.

2. Метод измерений

2.I. 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 $(6\text{-}10^{6})$с.

2.3. ГКС представляет собой голографический интерферометр реального времени с фазовой модуляцией одного из интерферирующих лучей и фотоэлектронной системой измерения контраста интерференционной картины на частоте фазовой модуляции. Оптическая схема ГКС представлена на рис.I, 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.I. 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-

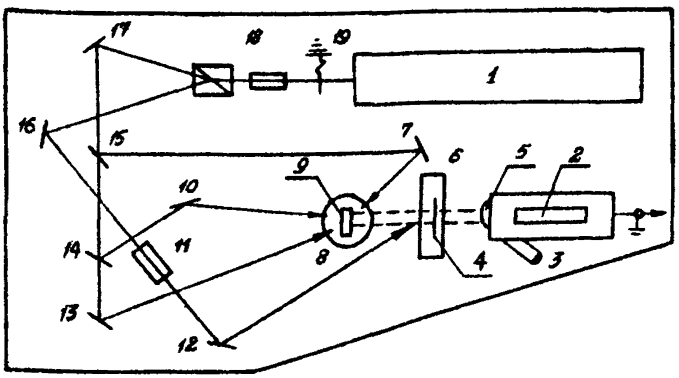


Рис.I. Оптическая схема ГКС

I - лазер; 2 - фотодетектор; 3 - визуализатор; 4 - фотопластинка (голограмма) ; 5 - объектив; 6 - фотопроявляющее устройство; 7,I0,I2,I3,I6,I7 - неподвижные зеркала; 8 - камера для закрепления объекта; 9 - исследуемый объект; II - фазовый модулятор; I4,I5 - подвижные зеркала; I8 - светоделитель; I9 - затвор.

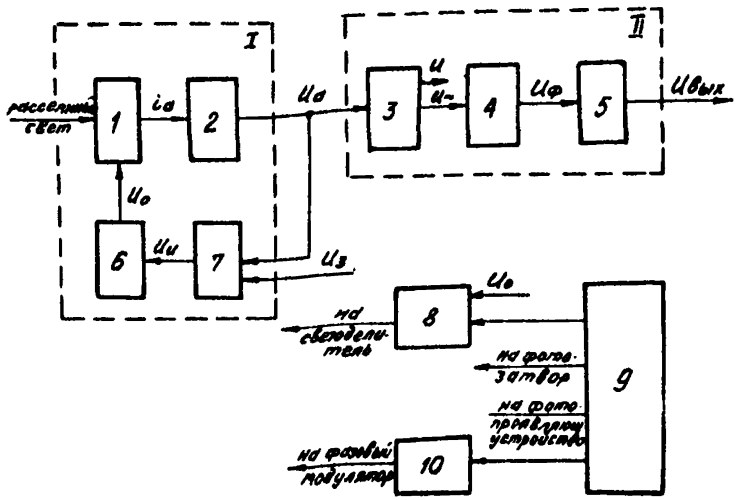


Рис.2. Блок-схема системы обработки тока ФЭУ

I - контур стабилизации тока ФЭУ; II - измерительный тракт;
I - 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 комутатор; I0 - 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 резурвуарах фотопроявляющего устройства; надежность защиты от вибраций; наличие непрерывного излучения газового лазера ЛГ-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 измерений

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

5.I.I. Помещают исследуемый объект в камеру 8 (см.рис.I).

5.I.2. Выбирают угол, под которым будут измерять рассеянное излучение (предусмотрены углы 5^0, 23^0, 144^0), руководствуясь выводами п.64. 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 $144^0(\pm 0{,}5^0)$; если зеркало I5 опущено, а введено (поднято) зеркало I4, то луч направляется на объект зеркалом I0, что соответствует углу $5^0(\pm 0{,}5^0)$; наконец, если оба зеркала I4 и I5 опущены, то объектный луч направляется зеркалом I3, что соответствует углу 23^0.

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 $J_{оп}$ и объектного $J_{об}$ лучей, соответствующее записи голограммы $J_{оп} \approx (6\text{-}I0)\, J_{об}$. 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 фотопластинки, 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 показание 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-I) соответствуют значения выходного сигнала $(0\text{-}I0)\cdot I0^{-3}$В).

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

5.I0. Открывают камеру фотопроявляющего устройства и удаляют отработанную фотопластинку - установка готова к следующему измерению.

6. Обработка результатов измерений

6.I. 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--$I0^6$) 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

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

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

$$K^2 = 7{,}5 \cdot I0^7 \ \ I/см^2 \qquad (2)$$

для угла рассеяния $\theta = 5^0$,

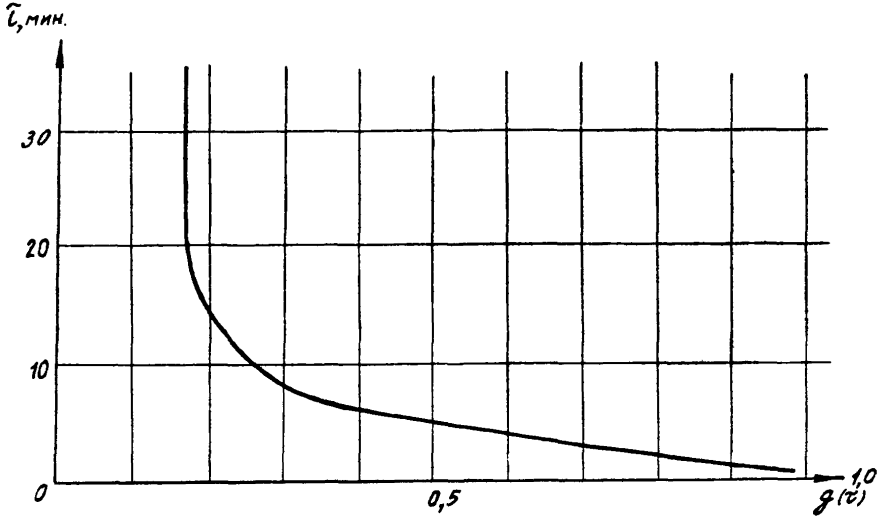


Рис.3. Результат измерения автокорреляционной функции

$K^2 = 1{,}85 \cdot 10^9$ $1/см^2$ - для $\theta = 23^0$, (3)

$K^2 = 3{,}58 \cdot 10^{10}$ $1/см^2$ - для $\theta = 144^0$ (4)

по найденному наклону легко определить коэффициент диффузии D .

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

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

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 (I) видно, что наличие в приборе ГКС трех углов рассеяния позволяет перекрыть широкий диапазон времен корреляций исследуемых процессов, причем угол $\theta = 5^0$ обеспечивает исследование "быстрых" процессов, в то время как угол $\theta = 144^0$ 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 7I64-78.

Фотопластинки "Микрат ЛОИ-2" по ГОСТ I069I-I-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)^{0}С - 400 мг.

Фиксаж по ОСТ 6-I773-73.

Термостат "СЖМЛ-I9/2" по ТУ I6.53I.593-75 - для проведения исследований процессов при температурах, отличных от комнатной.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ I8300-72.

Фонарь фотолабораторный по ТУ 2.424.020..

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

Приложение 2

Справочное

Расчет временной автокорреляционной функции поля рассеянного излучения

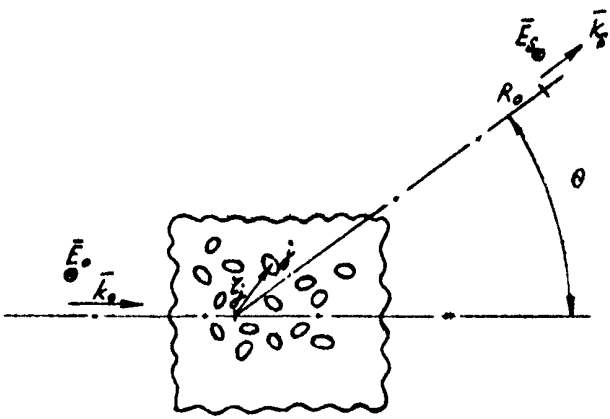
Наиболее общий вариант задачи иллюстрирован на рисунке. Падающий свет (плоская монохроматическая линейно-поляризованная волна) проходит через рассеивающий объект, в котором содержатся рассеивающие элементы (j). Эти элементы могут быть различными объектами, такими как макромолекулы, клетки, частицы наполнителя 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 деполяризованной компонентой $\vec{E}_s''$. Поляризованную и деполяризованную компоненты рассеянного света можно записать в виде

$$E_s = \sum_j E_j = \sum_j A_j e^{i\varphi_j} e^{-i\omega_0 t}, \qquad (I)$$

$$E_s'' = \sum_j E_j'' = \sum_j A_j'' e^{i\varphi_j} e^{-i\omega_0 t},$$

где A_j и A_j'' - амплитуды поляризованной и деполяризованной 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 $|k_0| \approx |k_s|$, 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'' .

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

$$G^{(1)}(\tau) = \Big\langle \sum_{j=1}^{N} A e^{-i\bar{K}\bar{r}_j(0)} \sum_{j'=1}^{N} A e^{i\bar{K}\bar{r}_{j'}(t)} \Big\rangle e^{-i\omega_0 t} . \quad (5)$$

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

$$G^{(1)}(\tau) = N|A|^2 \left\langle e^{i\bar{K}[\bar{r}(\tau)-\bar{r}(0)]} \right\rangle e^{-i\omega_0 t} . \qquad (6)$$

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

$$\left\langle e^{i\bar{K}[\bar{r}(\tau)-\bar{r}(0)]} \right\rangle = \int G_s(\bar{R},\tau) e^{i\bar{K}\bar{R}} d^3R , \qquad (7)$$

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

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

где $\mathcal{D}$ - коэффициент диффузии, тогда

$$G^{(1)}(\tau) = N|A|^2 e^{-\mathcal{D}K^2\tau} e^{-i\omega_0\tau} . \qquad (9)$$

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

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

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

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

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 60х90 1/16. Печать офсетная. Бумага офсетная. 1,25 п.л.

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

Изд. № 8275/04. Цена 5 коп.

Ордена "Знак Почета" Издательство стандартов, 123840, Москва, Новопресненский пер., 3

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

gost.e-ecolog.ru