

Автореф.  
ЛЛ 12

проф. Зейтовскому В. Ю.

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО  
СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ УССР  
ОДЕССКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ ПИ-  
ЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ им. М.В.ЛОМОНОСОВА

Аспирант ШАБАЕВ Алексей Николаевич

На правах рукописи

ИССЛЕДОВАНИЕ РЕНТГЕНОЛЮМИНИСЦЕНТНОГО  
МЕТОДА КОНТРОЛЯ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА СЫ-  
ПУЧИХ МАТЕРИАЛОВ

05.13.07. Автоматическое управление технологическими  
процессами в пищевой промышленности

(Диссертация на русском языке)

А в т о р е ф е р а т  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Перечислет 1957

Одесса - 1973



Работа выполнена на кафедре Измерений Одесского технологического института пищевой промышленности им. М.В.Ломоносова.

Научный руководитель:  
кандидат технических наук, доцент Н.К.Наремский.

Официальные оппоненты:  
доктор технических наук, профессор О.А.Миздриков,  
кандидат технических наук, доцент Л.Л.Худолей.

Ведущее предприятие:  
НИИ пластических масс, г. Москва.

Автореферат разослан "18" ноября 1973г.

Защита диссертации состоится "21" декабря 1973 г.  
на заседании Ученого Совета Одесского технологического института  
пищевой промышленности им. М.В.Ломоносова.

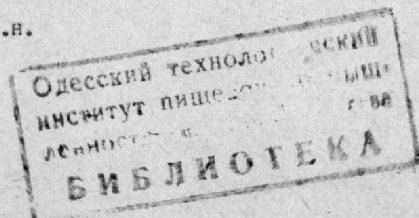
Просим Ваши отзывы в двух экземплярах направлять по адресу:  
г.Одесса-39, ул.Свердлова, 112, ОТИИИ им. Ломоносова.

к. В01/4405

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ  
СОВЕТА ИНСТИТУТА

Л. ЗАПОРОЖЕН

К.Т.Н.



## В В Е Д Е Н И Е

Поставленные в настоящее время перед промышленностью задачи, связанные с увеличением объема производства порошкообразных материалов и расширением области их применения выдвигают первоочередную проблему автоматического контроля качества этих материалов.

Гранулометрический состав является весьма важной характеристикой порошкообразного материала, которая определяет его физические свойства, а следовательно, и технологические качества.

Контроль за гранулометрическим составом конечного продукта либо сырья является обязательным для всех производственных процессов, связанных с измельчением материалов или использованием порошков. В связи с многообразием таких процессов методы гранулометрии находят исключительно широкое применение почти во всех отраслях народного хозяйства. Они также широко используются в научных исследованиях при разработке новых технологических операций диспергирования материалов или применения тонкоизмельченных веществ.

Знание гранулометрических характеристик порошков необходимо для изучения их влияния на ход различных технологических процессов, что позволит в дальнейшем вывести закономерности управления.

Применение устройств для автоматического контроля степени дисперсности сыпучих материалов обеспечивает рост производительности труда, повышение качества выпускаемой продукции, снижение процента брака, что дает возможность достигнуть значительной экономии энергетических затрат на весь технологический цикл, измельчения создает условия для комплексной автоматизации процессов производства.

В нашей стране и за рубежом широко разрабатываются методы и приборы гранулометрического анализа порошкообразных материалов. Однако полностью проблему контроля гранулометрического состава еще нельзя считать решенной. Тормозом этому является отсутствие преобразователей, которые выдавали бы с наименьшим запаздыванием информацию об изменении гранулометрического состава. Отсутствие преобразователей для контроля гранулометрического состава порошков не позволяет создать системы автоматического контроля и управления многими технологическими процессами.

Кроме этого, следует заметить, что многообразие методов, применяемых для анализа дисперсного состава сыпучих материалов и отсутствие их классификации зачастую затрудняет выбор метода для решения конкретной задачи гранулометрии.

На основании вышесказанного возникает необходимость исследования возможности создания бесконтактных преобразователей, основанных на современных экспрессно-автоматических методах, с помощью которых можно было бы непрерывно получать информацию об изменении гранулометрического состава продуктов измельчения.

В связи с этим настоящая работа посвящена исследованию рентгенофлуоресцентного метода оперативного автоматического контроля дисперсности сыпучих материалов, а также разработке преобразователя для контроля гранулометрического состава продуктов измельчения.

Основными задачами рассматриваемой работы являются

1. Анализ состояния контроля степени дисперсности сыпучих материалов с позиций существующих методов контроля.
2. Обоснование выбора методики исследования сыпучих материалов с позиций гранулометрии и определения физико-механических характеристик сыпучих материалов.

3. Теоретические исследования возможности оценки гранулометрического состава по взаимодействию ионизирующего излучения с сыпучим материалом.

4. Экспериментальная проверка и подтверждение полученных аналитических вырежений при исследовании процессов поглощения ионизирующего и возбуждения вторичного излучения в сыпучих материалах.

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, выводов и рекомендаций, библиографического списка и приложений.

Экспериментальная часть работы выполнена на кафедре измерений Одесского технологического института пищевой промышленности имени М.В.Ломоносова, расчетная часть диссертации выполнена в вычислительном центре института на ЭВМ "Раздан-2". Испытания макета измерительного преобразователя для контроля степени дисперсности аминипласта проводились в лабораториях ОТИПШ имени М.В.Ломоносова и на Новосибирском химическом заводе.

В первой главе приводится обзор методов гранулометрии, на основании которого можно сделать вывод о том, что существующие методы анализа не всегда позволяют экспрессно получать полное представление о гранулометрическом составе продуктов измельчения, кроме того, многие из них нельзя считать приемлемыми для условий производства. Проблема выбора метода контроля дисперсности сыпучих материалов для решения конкретных задач ясна из того, что в одно понятие "гранулометрия" включено более ста различных методов. Для систематизации методов и их разновидностей в работе предложено разделение методов на группы по способу получения информации о степени дисперсности контролируемого сыпучего материала. Где известные из литературы методы гранулометрии (основываясь на при-

ципе классификации предложенном Мяздриковым О.А.) можно разделить:

- на интегральные методы, дающие информацию об усредненном статистическом параметре, характеризующем исследуемый сыпучий материал в целом;
- дифференциальные методы, дающие информацию о каждой частице сыпучего материала.

Основываясь на этом принципе разделения, в работе сделана попытка классификации методов гранулометрии по физическому явлению, используемому в измерительном преобразователе.

К первой группе методов относятся методы, основанные на: разделении сыпучего материала на фракции; поглощении энергии сыпучими материалами; и взаимодействии жидкости или газа с сыпучим материалом. Ко второй группе относятся методы, основанные на: взаимодействии электрического поля с сыпучей средой; поглощении энергии и т.д.

Приведенная классификация систематизирует методы гранулометрии и их разновидности и облегчает выбор метода при отыскании решений задач управления технологическими процессами.

Выбор того или иного метода зависит от конкретно поставленной задачи гранулометрии. При решении задачи контроля крупности измельченных материалов, получения информации о размере каждой частицы требуются значительное время, и не позволяет осуществить контроль большой массы измельченного материала. Поэтому методы, дающие информацию о каждой частице, пригодны при периодическом контроле, т.е. при отборе пробы из массы сыпучего материала.

Для осуществления непрерывного контроля в процессе измельчения целесообразно пользоваться методами, дающими информацию о совокупности частиц сыпучего материала и по усредненному пока-

зателю величины размеров частиц контролируемого материала, судить об изменении гранулометрического состава. Среди этих методов наиболее перспективными для решения поставленной задачи являются методы, основанные на поглощении энергии ионизирующих излучений сыпучим материалом.

Эти методы контроля базируются на тесной корреляционной связи между объемной массой сыпучего материала и его степенью дисперсности, приведенной в работах Морозова Ю.А., Афанасьева С.М., Карповича Р.И. и др. Для оценки гранулометрического состава используют понятие "средневзвешенного" диаметра частиц. Зависимость объемной массы от дисперсного состава обычно имеет линейный характер. При увеличении "средневзвешенного диаметра" частиц возрастает объемная масса, т.е. оценку "средневзвешенного" диаметра частиц можно производить по изменению объемной массы. Исследования по разработке радиоактивного метода гранулометрии были проведены на материалах, применяемых в горнорудной, угольной и пищевой промышленности. Принцип действия описанных в литературе измерительных преобразователей аналогичен радиоизотопным плотномерам, в которых используется рентгеновское либо гамма-излучение радиоактивных источников.

Однако полностью этот вопрос нельзя считать решенным, т.к. осуществляя контроль за изменением объемной массы измерительные преобразователи не выдают информацию о степени дисперсности сыпучего материала. Полученные в работах Морозова Ю.А. и Карповича Р.И. эмпирические соотношения между объемной массой и степенью дисперсности не позволяют получить полное представление об изменениях параметров распределения. В качестве обобщающих гранулометрических характеристик сыпучего материала при этом часто используют понятие "средневзвешенного" диаметра смеси частиц фрак-

ции, который согласно методике ГОСТ 3647-59 равен половине размаха совокупности размеров частиц.

По нашему мнению, такой параметр сыпучего материала не может в полной мере оценить степень дисперсности, т.к. он определяет только средний размер на размахе, без учета особенностей параметров закона распределения. Подход к определению величины средневзвешенного размера необходимо вести из рассмотрения сыпучего материала, как статистической совокупности частиц различных размеров и, соответственно, находить средневзвешенные размеры исходя из законов математической статистики.

В связи с этим в настоящей работе сделана попытка теоретически интерпретировать наблюдаемые эффекты взаимодействия рентгеновского излучения с сыпучим материалом и провести экспериментальные исследования для проверки полученных теоретических зависимостей.

Во второй главе рассматривается подход к сыпучей среде, как к объекту исследования с позиций granulometрии, т.е. с точки зрения определения физико-механических характеристик дисперсности сыпучих материалов.

При рассмотрении измельченного материала как статистической совокупности частиц различного размера, количественное описание которой неизвестно, а также не ясны параметры связей и взаимоотношения членов этой статистической совокупности между собой, прежде всего необходимо найти статистические характеристики сыпучей среды, а затем исследовать эти характеристики, применяя методы математической статистики.

Выбор метода анализа для данного конкретного случая может быть решен с применением специальной тестовой схемы, предложенной в работе, использование которой позволит, по нашему мнению,

значительно облегчить и упростить эту операцию.

На схеме приводятся области изменения размеров частиц, последующих дисперсных материалов, в которых применим тот либо иной метод, причем учитывается также и состояние дисперсной системы (порошок, аэрозоль, суспензия).

При сравнении результатов измерений между выбранным и ранее применяемым методом следует учитывать то, что понятие крупности определяется принципом измерения: классификацией по геометрическим размерам, классификацией по скорости падения, определяем крупности под микроскопом и т.д. Законы распределения, получаемые разными методами анализа совпадают только при наличии в совокупности частиц идеальной шаровой формы. Чем больше форма частиц отличается от сферической, тем ненадежней результаты измерений и соответствующие им законы распределения. Сравнение результатов измерения размеров различными методами затрудняется тем, что при анализе одного и того же материала возможны различные результаты. К этому же следует добавить, что на результаты анализа в значительной степени влияет характер его проведения, поэтому необходимо стремиться к тому, чтобы определение крупности осуществлялось в определенных условиях, дающих сравнимые результаты.

Информацию о частицах можно получать различную, в зависимости от метода измерения определяющего признака, причем этот метод выбирается в зависимости от того, какой параметр частицы (объем, поверхность, площадь проекции и т.д.) наиболее существенен для решения поставленной задачи granulometрии.

Для того, чтобы полученная информация достоверно отражала дисперсный состав исследуемого материала, анализ должен быть проведен на такой пробе, которая правильно бы его представляла.

Основная трудность при отборе пробы заключается в том,

чтобы получить пробу, в среднем характеризующую совокупность в целом, т.е. необходимо, чтобы проба из всей генеральной совокупности материала была достаточно представительной и с достаточной точностью давала бы информацию об основных параметрах генеральной совокупности. Представительность пробы обеспечивается соответствующим отбором ее из массы материала и последующей подготовкой к анализу.

Вопрос об определении дисперсного состава порошкообразных материалов методами микроскопии, т.е. методами, основанными на визуальном исследовании отдельных частиц, либо их проекций достаточно хорошо изучен. По нашему мнению следует остановиться только на вопросе, связанном с методикой препарирования порошков для микроскопического анализа, т.к. правильно выбранная методика позволяет получить информацию о дисперсности с большей объективностью.

Исследования, проведенные в Одесском технологическом институте пищевой промышленности им. М.В.Ломоносова под руководством канд.техн.наук Наремского Н.К. по методике нанесения пробы на предметное стекло с использованием электростатического инжектора, предложенного в работах Мяздрикова О.А. служащим в качестве распылителя, позволили разработать необходимую методику препарирования, суть которой состоит в том, что на поверхность предметного стекла, обработанного смесью растворов спирта с глицерином при помощи электростатического инжектора проводилось нанесение исследуемой пробы на стеклянную подложку. При этом была доказана равномерная ориентация частиц на подложке.

При выборе предлагаемого признака величины линейного размера частицы необходимо принимать тот, который хорошо согласуется с выбранным ранее критерием, обосновывающим этот выбор. При сфери-

ческой форме частиц это будет диаметр (главная ось) либо размер, определяющий равновеликую площадь эквивалентной фигуры. Хорошую достоверность обеспечивают также рекомендации МРТУ2-337-4-65 и ГОСТ 9206-70, когда за определяющий размер частицы принимают среднее арифметическое наибольшей длины и ширины проекции частицы на предметное стекло.

Даже для частиц неправильной формы эта величина довольно хорошо характеризует линейный размер. Однако нужно заметить, что успех выбора того или иного параметра в качестве определяющего размера частицы в значительной мере зависит от способа приготовления препарата, а также от специфики работы экспериментатора, так как нередко два исследователя, измеряя размеры одной и той же частицы, получают результаты, отличающиеся более чем на 10%.

Для определения статистических характеристик сыпучих материалов с достаточной (или требуемой) точностью необходимо измерить линейные размеры большого числа частиц и произвести их анализ.

Вопрос об объеме счетной выборки исследователями решается по-разному. Ган Р. подходит к решению этой задачи чисто эмпирически, т.е. путем последовательных приближений экспериментальных выборочных кривых распределения к своему истинному значению и таким образом, определяет оптимальный объем выборочной статистики.

Рачапов Г.И. и Веденяпин Г.В. используют для этой цели методы математической статистики, позволяющие более объективно по двукратным опытным данным производить расчет объема статистики, необходимой для получения результатов с требуемой точностью и желаемой достоверностью.

Нами был использован аналитический подход к решению задачи о объеме необходимой статистики, при котором с заданной надежностью обеспечивалась бы определенная точность приближения час-

тот по классам к вероятности события с учетом числа классов разбиения.

Исходя из необходимости установления закона распределения линейных размеров частиц исследуемого материала, в работе показано каков должен быть объем счетной выборки или каков должен быть объем набранной статистики, чтобы ошибка определения вероятности попадания частицы в данный класс не превышала бы наперед заданного значения.

При этом было получено выражение:

$$n = \frac{y \cdot \bar{p}}{\xi} \quad (I)$$

где  $\bar{p}$  - это максимальная вероятность попадания частицы в свой класс для теоретического распределения;  
 $y = f(\xi, n)$  - зависимость, удовлетворяющая оценке теоретического и экспериментальных распределений по критерию Парсона.

Согласно полученным данным, в работе приводится номограмма рис. I, по которой можно определить объем выборки  $n$ , при различных значениях надежности  $R$ , абсолютной ошибки  $\xi$  и числа классов разбиения  $K$ . Так, например, согласно рис. I при  $R = 0,9$  и  $K = 15$ ,  $\xi = 0,01$ ,  $n$  будет равно, примерно, 2200.

При выборе материалов исследования мы руководствовались следующим требованием, обусловленным поставленной задачей разработки метода контроля дисперсности:

1. Так как коэффициент ослабления рентгеновских лучей в исследуемом материале сильно зависит от энергетического спектра излучения, то необходимо выбирать материалы, обеспечивающие поглощение излучения в толщинах слоя сыпучего материала обеспечивающих насыщение.

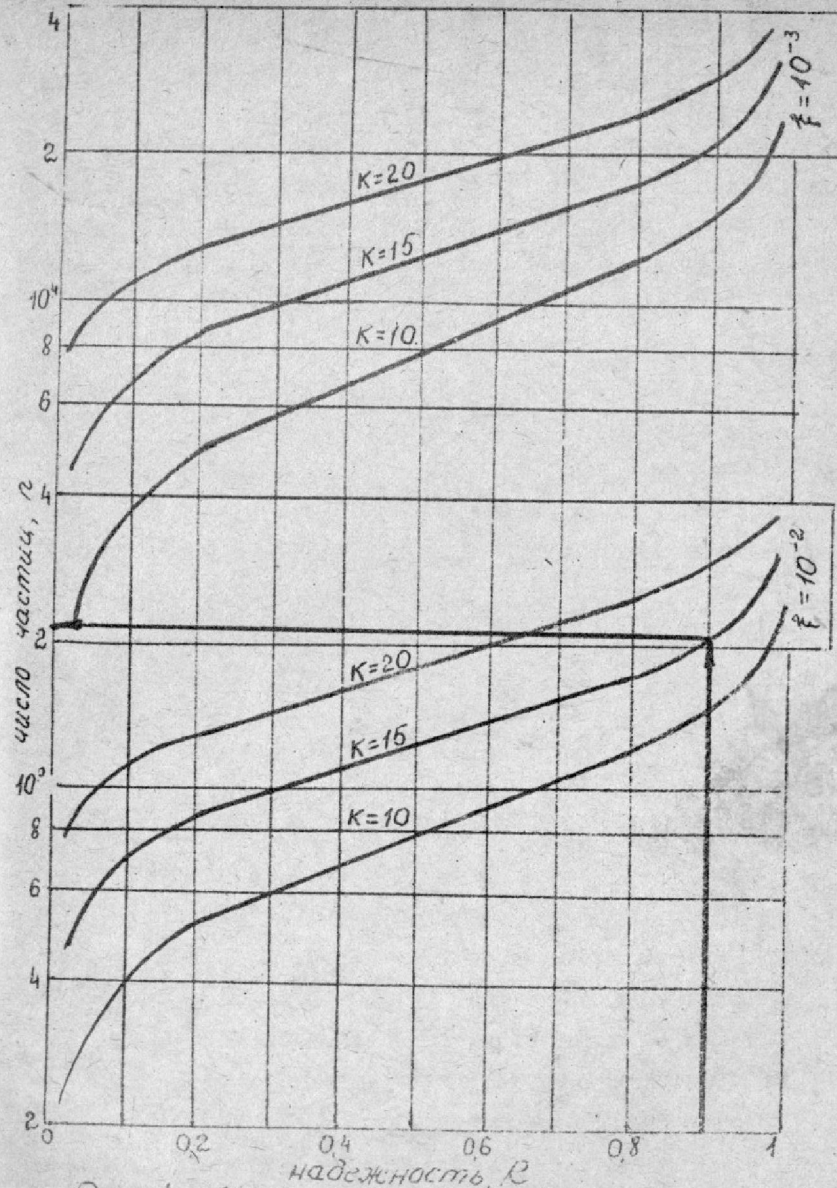


Рис. I. Номограмма определения оптимального объема счетной выборки

2. Выход рентгенолюминесценции должен быть достаточно велик, что позволит регистрировать свечение обычными детекторами, как и очень толстых, так и в очень тонких слоях.

3. Вероятность излучательных переходов в элементарных центрах свечения должна быть очень велика, так чтобы практически наступал стационарный режим, при котором мощность возбужденного излучения пропорциональна мощности падающей радиации.

4. Возможность получения фракций с различным сочетанием размеров частиц.

5. Высокая химическая стойкость вещества частиц во времени, а также по отношению к температуре, влажности, радиации и т.д.

Согласно нижеизложенным условиям нами были исследованы несколько разновидностей сыпучих сред, таких как продукты размола аминокласта, риса и каменной соли (NaCl).

Выбор этих материалов в качестве объектов исследования обусловлен также их происхождением (органические, неорганические, биологические).

Микроскопический анализ сыпучих материалов, взятых в качестве объектов исследования, позволил получить данные для дальнейшей машинной обработки.

Обработку результатов измерений проводили на ЭЕМ типа "Раздан-2". При этом весь объем счетной выборки рассматривали как "числовой массив". Измах совокупности делили на классы ширина которых определялась по геометрической прогрессии с модулем  $\sqrt{2}$ , (согласно общепринятой методике). Затем вводили весь "числовой массив" и классы крупности в машину. Задавали программу о поиске во всем "массиве чисел", представляющем исследуемую статистическую совокупность, размеры частиц, относящихся к своему классу крупности. При этом искусственно относили наибольший и наименьший ре-

меры фракции к одной из крайних границ класса. Полученные в результате обработки характеристики дисперсности показали, что при всем их разнообразии наблюдается идентичность формы полигонов распределения, позволяющая предположить наличие определенной закономерности в распределениях частиц по крупности. Это обстоятельство вызвало попытку описать аналитически закон распределения размеров частиц исследуемых сыпучих материалов.

Использование аналитических выражений, описывающих распределение размеров частиц позволит решить ряд задач, имеющих важное значение, а именно:

а) обоснованно экстраполировать данные гранулометрического состава по всему диапазону крупности (главным образом в самых мелких классах) и тем самым упростить и ускорить выполнение анализов;

б) вычислить поверхность частиц, их число, объем и другие показатели;

в) обоснованно выбирать среднестатистические показатели, характеризующие дисперсность системы по определенному признаку (начальные моменты, удельная поверхность и т.д.);

г) выработать методы и показатели сравнения, применяемые для оценки различных процессов производства.

К аналитическим выражениям описывающим кривые распределения размеров частиц, обычно предъявляются следующие требования:

1) уравнение должно быть по возможности теоретически обоснованным, т.е. должно опираться на закономерности изучаемого явления;

2) кривая должна иметь возможно более простое уравнение для облегчения вычислений и оперирования;

3) уравнение должно заключать возможно меньшее число параметров.

Для описания кривой распределения размеров частиц анализируемой среды аналитическим выражением нами был использован широко известный в математической статистике метод графо-аналитической проверки статистических гипотез. Проверка показала, что с достаточной достоверностью можно утверждать, что распределение выбранных сыпучих сред не противоречит гипотезе о распределении размеров частиц по нормально-логарифмическому закону вида:

$$f(l)dl = \frac{1}{(\ln G_g) \sqrt{2\pi}} \exp \left[ -\frac{(\ln l - \ln M_g)^2}{2(\ln G_g)^2} \right] d(\ln l); \quad (2)$$

где  $f(l)dl$  - доля частиц, эквивалентные диаметры которых лежат в пределах  $(l; l+dl)$

$$\ln M_g = \int \ln l \cdot f(l) dl; \quad (3)$$

$$(\ln G_g)^2 = \int (\ln l - \ln M_g)^2 f(l) dl; \quad (4)$$

где  $\ln M_g$  - математическое ожидание;

$(\ln G_g)^2$  дисперсия.

Далее в работе показано, что исследования, в которых объектом служат сыпучие материалы, немалыми без достаточно точной оценки их дисперсного состава. Однако пользоваться для сравнения по степени дисперсности двух, либо более материалов законами распределения, либо их параметрами крайне неудобно. Поэтому закономерен поиск обобщающих характеристик, при помощи которых можно было бы оценить и сравнить степени дисперсности различных материалов. Обоснование выбора обобщающей статистической характеристики особенно необходимо при разработке измерительных преобразователей,

основанных на интегральных методах анализа гранулометрического состава.

За характеристику дисперсности смеси частиц при этом часто принимают величину "средневзвешенного диаметра", являющуюся по существу среднестатистической характеристикой распределения. Необходимость в такой усредненной характеристике ясна, так как она позволяет:

а) дать упрощенное суммарное представление о дисперсности исследуемой среды;

б) проводить математические операции, связанные с определением различных характеристик гранулометрического состава смеси частиц.

Кроме того, эта характеристика является чисто статистической, которая наряду с параметрами закона распределения может быть использована для сравнения дисперсности двух или более сыпучих сред.

При выводе формул, в которые входят параметры дисперсности сыпучих материалов очень часто по необходимости характеризуют степень дисперсности единой линейной величиной - "средневзвешенным диаметром".

Степень измельчения, согласно данным Андреева, определяют отношением "средневзвешенных диаметров" материала до и после измельчения.

По нашему мнению, выражение "средневзвешенный диаметр" недостаточно четко отражает сущность обобщенной статистической характеристики исследуемой совокупности. Если рассматривать определение "средневзвешенного" диаметра с точки зрения математической статистики, то это будет "обобщенная количественная характеристика сово-

Одесский технологический институт пищевой промышленности им. акад. В.Д. Скуратова  
БИБЛИОТЕКА

№ 014405

купности однотипных явлений по варьирующему признаку". Поэтому -- наиболее приемлемо, по-видимому, будет характеризовать сыпучую среду теми или иными начальными моментами, которые в какой-то мере характеризуют статистическую совокупность смеси частиц различных размеров. При этом необходимо заметить, что выбор момента зависит как от степени независимой переменной, так и от того, какое выбрано распределение (численное, весовое, распределение поверхности и т.д.).

В работе показано, что понятие среднестатистической характеристики совокупности необходимо давать исходя из определения "средней" данной в работах Боярского М.Я. Из которого вытекает, что при усреднении необходимо выбирать такую формулу для исчисления средней  $M_{a,k}$ , которая в общем виде может быть записана следующим образом:

$$M_{a,k} = \int_0^\infty e^{kx} f_a(x) dx, \quad (5)$$

где  $f(x)$  -- плотность вероятности распределения линейных размеров частиц;

- при  $a = 1$  -- кониметрического распределения;
- $a = 2$  -- распределение поверхностей;
- $a = 3$  -- тривиметрического распределения;

$k$  -- показатель усреднения, который принимается в зависимости от особенностей изучаемого процесса и цели для которой исчисляются среднее значение),

чтобы в усредненной смеси сохранилось неизменным интересующее исследователя свойство, присущее данной сыпучей среде.

Характер этого свойства и вид функциональной зависимости его от гранулометрического состава определяет вид формулы для исчисления  $M_{a,k}$ , которая должна иметь также определенный физический смысл. Если точно установлено определяющее свойство, которое необ-

ходимо сохранить при усреднении, то принципиально задача определения среднестатистической характеристики решается просто: выбранное определяющее свойство выражают с одной стороны определяющей функцией  $G(x)$ , а с другой стороны, той же функцией  $G(M_{a,k})$  от искомого параметра.

Определяющее свойство должно при усреднении остаться неизменным, следовательно,  $G(x) = G(M_{a,k})$ ; (6).

Решая это исходное уравнение относительно  $M_{a,k}$  получаем для данного конкретного случая формулу определения "среднестатистической" характеристики.

Далее в работе показано, что при сохранении неизменным определяющего свойства объемной массы сыпучего материала  $\rho_0$  последнюю можно выразить по формуле

$$\rho_0 = \frac{K \cdot \rho \cdot M_{3,1}}{G \cdot V_{cp}}; \quad (7)$$

- где  $\rho$  -- плотность материала частиц;
- $V_{cp}$  -- средний объем, приходящийся на одну частицу с учетом пустот;
- $M_{3,1}$  -- начальный статистический момент третьего порядка.

Если же определяющим свойством является сохранение неизменной суммарной поверхности частиц в совокупности, то тогда "среднестатистическую" характеристику необходимо определять по формуле начального статистического момента второго порядка  $M_{2,1}$ . Степень дисперсности сыпучей среды несомненно должна сказаться на величине "среднестатистической" характеристики.

Так, совершенно ясно, что при преобладании крупных частиц в совокупности величина "среднестатистической" характеристики всегда будет больше, чем при преобладании мелких частиц.

Для уяснения влияния дисперсного состава на значение "среднестатистической" характеристики найдена связь между начальными моментами второго  $M_{2,1}$  и третьего  $M_{3,1}$  порядков с параметрами логарифмически-нормального закона распределения, которую можно выразить системой уравнений вида:

$$\begin{cases} M_{2,1} = \exp[2 \ln Mg + 2(\ln Cg)^2]; \\ M_{3,1} = \exp[3 \ln Mg + 4,5(\ln Cg)^2]; \end{cases} \quad (8)$$

Как видно из системы уравнений (8), начальные моменты второго и третьего порядков определяются весьма просто в зависимости от математического ожидания и дисперсии нормального логарифмического закона распределения. Следовательно, определив эти параметры экспериментально мы можем аналитически вычислить значения  $M_{2,1}$  и  $M_{3,1}$ , либо решить обратную задачу, если представляется возможным экспериментально определить значения моментов второго и третьего порядков для какого-либо сыпучего материала, и используя систему (8), вычислить параметры закона распределения.

Для облегчения решений системы уравнений (8) предлагается номограмма рис. 2.

Ключ для определения параметров логарифмически-нормального закона распределения следующий: из точек, соответствующих значениям  $\ln M_{3,1}$  и  $\ln M_{2,1}$  на шкалах В и С проводят линии перпендикулярные шкале А и линию параллельную ей. Таким образом, получают точку М рис. 2, затем проводят из точки М прямую параллельную шкале В (получают в точке пересечения этой прямой со шкалой D значение  $\ln Mg$ ), и прямую параллельную шкале С (получают в точке пересечения этой прямой со шкалой А значение  $(\ln Cg)^2$ ). Аналогичные системы уравнений могут быть получены для любого двухпараметрического одномодального закона распределения.

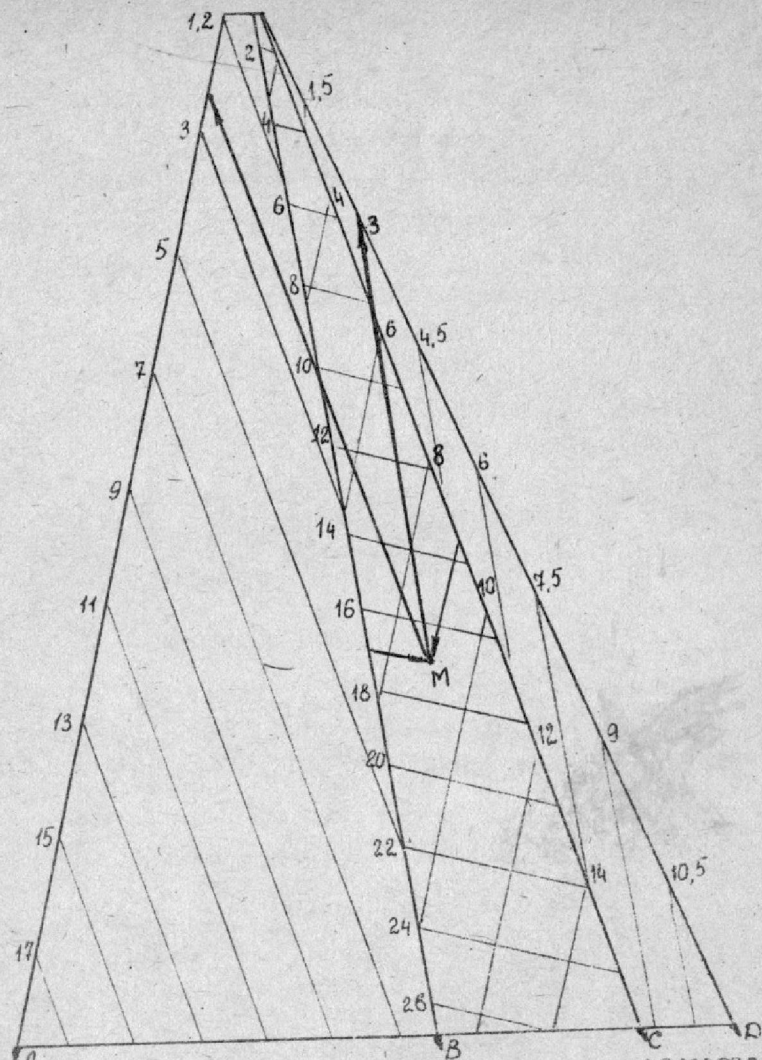


Рис. 2 Номограмма определения параметров логарифмически-нормального закона распределения. А-шкала  $(\ln Cg)^2$ ; С-шкала  $\ln M_{2,1}$  В-шкала  $\ln M_{3,1}$ ; D-шкала  $\ln Mg$

Экспериментальные исследования, проведенные в работе показали, что на изменение объемной массы сыпучих материалов существенное влияние оказывает начальный статистический момент третьего порядка. Полученные данные создали предпосылки к разработке измерительного преобразователя для контроля параметров закона распределения с использованием явления взаимодействия рентгеновского излучения с сыпучими материалами.

В третьей главе даются теоретические предпосылки оценки granulометрического состава по взаимодействию рентгеновского излучения с сыпучими материалами.

Исследование представительного объема выборки, обеспечивающей с наперед заданной надежностью  $A$  абсолютную ошибку попадания частиц в свой класс  $\xi$  показало, что этот объем колеблется от  $2 \cdot 10^3$  до  $80 \cdot 10^3$  частиц. Трудность подсчета и обмера такого количества частиц ставит задачу автоматического получения необходимой информации, для решения которой необходимо преобразовать реальные определяющие признаки каждой частицы в электрический сигнал.

В свою очередь, это позволит применить для granulометрического анализа электрическую аппаратуру, т.е. предопределяет возможность получения информации в более сжатые сроки.

Во второй главе было выдвинуто предположение о возможности контроля параметров закона распределения по среднестатистическим характеристикам  $M_1$  и  $M_{2,1}$ . Задача при этом состоит в разработке экспрессного бесконтактного метода определения этих характеристик.

По нашему мнению, путь к нахождению решения поставленных задач лежит в использовании явлений взаимодействия с сыпучими материалами рентгеновского излучения.

Далее в работе приводятся найденные решения с использованием

рентгенолюминисцентного метода для целей и задач granulометрии.

Рассматривается взаимодействие параллельного пучка рентгеновских лучей интенсивностью  $J_0$  с частицей, форма которой принята сферической. В случае отклонения от сферичности (при вычислении объема или поверхности частицы) можно воспользоваться коэффициентом формы  $g$ , определяющим близость реальной формы частицы к сферической.

За счет взаимодействия рентгеновского излучения с веществом частицы, последняя будет испускать вторичное излучение. В работе получено выражение связывающее интенсивность возбужденного светового излучения в отдельно взятой частице  $M_1$  от ее геометрических размеров (в данном случае от поверхности частицы  $Q_0$ ).

$$M_1 = \frac{\omega_1 \cdot L \cdot \tau \cdot Q_0}{4\pi L^2 (1 + \frac{\lambda}{2L})} \cdot J_0 \quad (9)$$

- где  $\omega_1$  - энергетический выход;  
 $L$  - вероятность возбуждения видимого свечения;  
 $\tau$  - линейный коэффициент поглощения для фотоэффекта;  
 $\mu$  - суммарный линейный коэффициент поглощения;  
 $L$  - расстояние от частицы до детектора;  
 $\lambda$  - коэффициент поглощения светового излучения в материале частицы;  
 $\varphi$  - угол выхода светового излучения по направлению к детектору.

Как видно из выражения (9) интенсивность возбужденного светового излучения в отдельно взятой частице прямо пропорционально ее поверхности. Кроме того, как и следовало ожидать, интенсивность свечения будет падать с ростом поглощающей способности материала частицы как к квантам света, так и к квантам падающего излучения.

Далее в работе исследовано влияние параметров измерительного звена преобразования на его работу и даны рекомендации по выбору

оптимальных значений. Показано, что для уменьшения шума необходимо применять схемы со светоупремниками, обладающими большим собственным усилением (ФЭУ).

Получена формула, связывающую амплитуду импульса  $U_m$  (на выходе ФЭУ) с линейным размером частицы  $\ell$ ,

$$\ell = \sqrt{\frac{U_m \cdot 4\pi L^2 (M_1 - \mu_1 \mu_2)}{2 \cdot \chi \cdot N \cdot \sigma \cdot L \cdot \omega_s \cdot R_n}}; \quad (10)$$

- где  $R_n$  - сопротивление нагрузки;
- $\chi$  - коэффициент пропорциональности;
- $\chi$  - чувствительность ФЭУ;
- $N$  - коэффициент усиления ФЭУ.

Таким образом, решая задачу анализа амплитуд импульсов, легко получать распределение размеров частиц исследуемого сыпучего материала.

Теоретический анализ показал, что чувствительность первичного звена преобразования зависит как от параметров детектора излучения, так и от параметров возбуждающего излучения с учетом геометрии установки.

В работе рассматривается взаимодействие рентгеновского излучения с сыпучей средой, представляющей совокупность большого числа малых частиц шаровой формы.

За счет взаимодействия излучения с веществом частиц часть излучения выйдет из слоя сыпучего материала толщиной  $\alpha$  в обе стороны, часть поглотится веществом. Очевидно, количество поглощенной энергии на разных глубинах будет разным, потому что интенсивность возбуждающего потока является функцией глубины слоя. Пространственное распределение поглощенной энергии зависит от размера и формы частиц, показателей поглощения сыпучего материала, толщины слоя и других факторов.

Показано, что аналитическое выражение, описывающее ослабление интенсивности рентгеновского излучения вследствие взаимодействия его с сыпучим материалом, описывается формулой вида:

$$N = N_0 \cdot t \cdot S_d \cdot \exp\left(-\mu \cdot d \cdot \frac{\pi}{\sigma} \cdot \frac{M_{2,1}}{V_{cp}}\right), \quad (11)$$

- где  $N, N_0$  - потоки рентгеновского излучения до и после взаимодействия их с сыпучим материалом,
- $t$  - время измерения,
- $S_d$  - площадь детектора.

Таким образом, установлена связь между среднестатистической характеристикой дисперсности сыпучей среды ( $M_{2,1}$ ) и ослаблением рентгеновского излучения. Однако за счет эффектов взаимодействия рентгеновского излучения в сыпучей среде будет возбуждаться вторичное излучение, энергетическая светность которого с "поверхности" возбуждения  $M_b$  будет равна:

$$M_b = \frac{\chi \cdot \omega_s \cdot \ell \cdot \sigma^2 \cdot \mu_2 \cdot M_{2,1}}{48\pi L^2 \left(\mu + \frac{\mu_2}{30}\right) \cdot c \cdot V_{cp}} \quad (12)$$

- где  $\ell$  - сторона квадратного коллимационного отверстия;
- $c$  - коэффициент, зависящий от геометрии опыта.

Формула (12) показывает, что по энергетической светности возбуждающего излучения в просе можно контролировать начальный момент второго порядка  $M_{2,1}$ .

Приведенная теоретическая оценка погрешности и анализ способов повышения точности гранулометрического анализа рентгеновским методом показали, что погрешности, возникающие при измерениях и анализе дисперсного состава сыпучих материалов обусловлены в основном тремя видами погрешностей. К первой и второй группам относятся соответственно аппаратные и статистические погрешности, связанные со специфическим характером взаимодействия рентге-

новского излучения с анализируемым веществом, что приводит к зависимости результатов анализа от ряда "мешающих" факторов.

Анализ методических погрешностей измерительного звена преобразования позволил заключить, что снижение погрешности измерения можно достичь:

- а) увеличением потока падающего рентгеновского излучения;
- б) подбором соответствующей энергии падающего рентгеновского излучения, обеспечивающей с наибольшей вероятностью процесс взаимодействия квантов с веществом по Комптон-эффекту;
- в) стабилизацией толщины облучаемого слоя и др.

Четвертая глава посвящена экспериментальным исследованиям процессов поглощения и возбуждения вторичного излучения в сыпучих материалах.

Для оценки достоверности результатов, получаемых с помощью приведенных выше формул, а также для разработки рекомендаций для конструирования преобразователя, необходимо было получить количественные экспериментальные зависимости устанавливающие связь между дисперсным составом сыпучих материалов, световозбуждающим действием рентгеновского излучения в этих материалах, а также ослаблением потока рентгеновского излучения. Кроме этого, представляло определенный интерес выявление влияния параметров возбуждающего рентгеновского излучения на чувствительность метода, а также влияние различных "мешающих" факторов на точность метода.

Все эти исследования необходимо было провести для определения метрологических параметров предлагаемого метода и разработки конструкции измерительных преобразователей контроля гранулометрического состава. В связи с этим был осуществлен следующий порядок проведения экспериментов:

а) исследовано световозбуждающее действие рентгеновского излучения в зависимости от дисперсности среды, энергии падающего излучения, геометрии опыта и т.д.;

б) исследовано поглощающее действие рентгеновских лучей сыпучими материалами;

в) исследовано влияние температуры, влажности, химического состава на интенсивность рентгенолюминисценции;

г) проведен анализ полученных результатов и разработаны рекомендации по конструированию измерительного преобразователя.

Полученные в результате экспериментальных исследований данные показали, что при облучении рентгеновским излучением (непрерывный тормозной спектр с эффективной энергией 24,8 кэв) исследуемых сыпучих материалов наблюдается явление рентгенолюминисценции. Спектрофотометрические исследования подтвердили, что спектры высвечивания исследуемых материалов хорошо укладываются в область спектральной чувствительности фотоэлектронного умножителя с сурьмяно-цезиевым катодом, спектральная область которого охватывает диапазон от 400 нм до 600 нм. Полученные данные позволяют определить наиболее оптимальные условия возбуждения рентгенолюминисценции в исследуемых сыпучих материалах, а также указывают на способы возможной регулировки световыходов для достижения максимальной чувствительности первичного звена преобразования размера частиц в электрический сигнал.

Экспериментальная проверка влияния размеров частиц сыпучих материалов, осуществляемая фотометрированием рентгенолюминисцентного излучения от отдельно взятых частиц, данные которых приведены на рис. 3 показало, что в статике интенсивность рентгенолюминисценции частиц уменьшается с уменьшением их линейных размеров. Причем эта зависимость носит линейный характер с коэффициентом

корреляции для продуктов размола аминопласта равным 0,96.

Полученные данные весьма важны для обоснования преимуществ измерительного преобразователя прибора дифференциального типа автоматического анализа гранулометрического состава порошков и зернистых сред. Они подтверждают возможность линейного преобразования размера частицы в электрический сигнал, что является весьма существенным преимуществом любого измерительного преобразователя.

Исследования процесса преобразования размера частицы в электрический сигнал в динамике проводились с использованием электростатического инжектора, конструкция которого была разработана О.А.Мяздриновым и исследована в ОТИП им.Ломоносова. Не останавливаясь на конструктивных особенностях этого устройства, отметим, что принцип работы его основан на явлении автоколебания частиц сыпучей среды в электрическом поле большей напряженности порядка 10 кв/см, создаваемого высоковольтным источником. Выход частиц из инжектора через сито обеспечивается потоком воздуха, создаваемого компрессором. Полученные экспериментальные данные показали, что в динамике предложенная конструкция первичного звена преобразования размера частицы в электрический сигнал вполне удовлетворительно решает поставленную задачу. Исходя из этого, можно говорить о гранулометрическом анализе, как об анализе амплитуд электрических импульсов получаемых от каждой отдельной частицы. Эту задачу можно решить при помощи широко применяемых в ядерной физике амплитудных анализаторов типа АИ-50 или АИ-100 согласовав их с выходом измерительного преобразователя.

Экспериментальные исследования процесса возбуждения рентгенолюминисценции в массе сыпучего материала от гранулометрического состава отобранной пробы, данные которых приведены на рис. 4 показали, что скорость счета детектора, регистрирующего люминисцентное излучение при постоянной интенсивности падающего рентгеновского излучения зависит от дисперсности сыпучего материала, т.е. от начального момента второго порядка  $M_{2,1}$ .

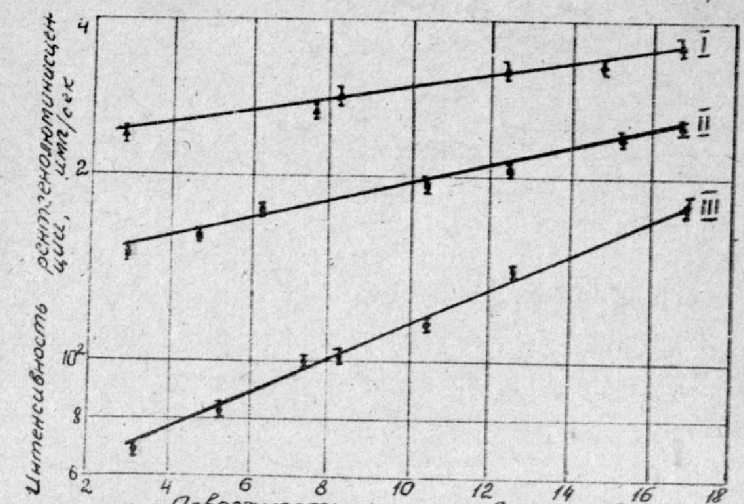


Рис.3. Зависимость интенсивности рентгенолюминисценции от поверхности получаемых частиц: I-каменной соли; II-аминопласта; III-риса.

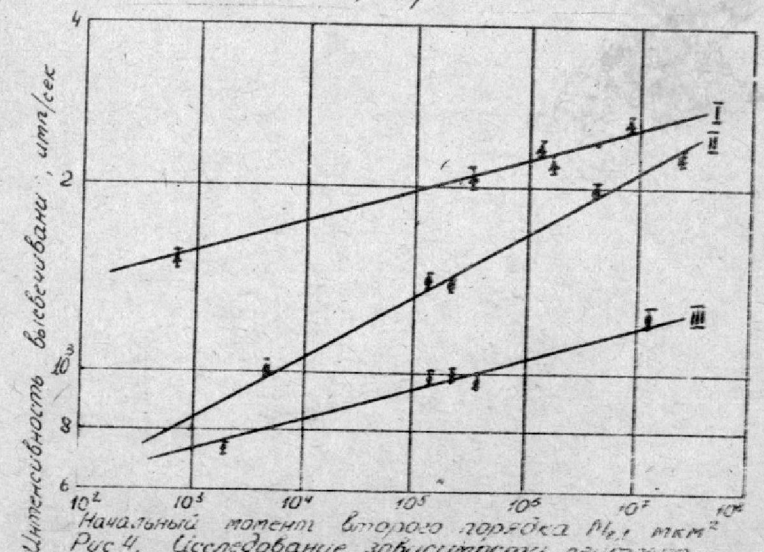


Рис.4. Исследование зависимости рентгенолюминисценции: I-каменной соли, II-аминопласта, III-риса от степени дисперсности.

С ростом начального момента второго порядка, т.е. с увеличением процентного содержания крупных фракций в сыпучем материале, растет поток люминисцентного излучения, что согласуется с высказанными ранее теоретическими положениями. Коэффициент корреляции для этих величин составляет для аминопласта 0,91, что говорит о тесной связи между энергетической светностью рентгенолюминисценции и моментом второго порядка.

Таким образом, можно утверждать, что по изменению энергетической светности рентгенолюминисценции сыпучих материалов можно определить начальный момент второго порядка.

Исследования поглощающей способности сыпучих материалов различной степени дисперсности рентгеновского излучения, данные которых приведены на рис. 5 показали, что с увеличением  $M_{3,1}$  происходит уменьшение поглощающей способности рентгеновского излучения порошкообразными материалами, что хорошо согласуется с показанной ранее формулой (II).

Следовательно, по изменению поглощающей способности порошкообразных материалов можно контролировать изменение среднестатистической характеристики ( $M_{3,1}$ ) дисперсного состава порошкообразных материалов.

Исходя из теоретических предпосылок и на основании полученных экспериментальных данных можно сделать вывод о возможности контроля дисперсного состава сыпучих материалов бесконтактным методом рентгеновского возбуждения. Полученные данные об особенностях первичного звена преобразования были бы неполными, если не был обоснован ряд конструктивных особенностей элементов преобразователя и их взаимной увязки. Для этого в работе были проведены исследования влияния геометрии преобразования для контроля дисперсного состава сыпучих материалов, которые позволили дать рекомендации для разработки экспериментального макета двухканального измерительного преобразователя.

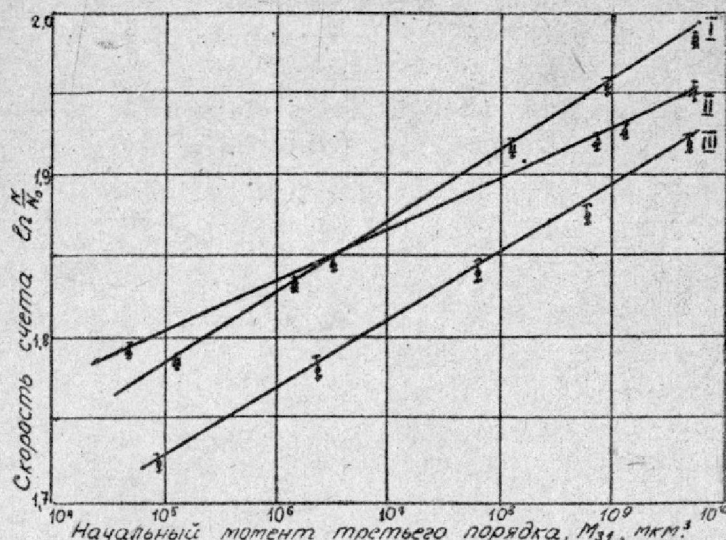


Рис. 5. Исследование поглощающей способности рентгеновского излучения продуктами размола: I-песка; II-аминопласта; III-каменной соли.

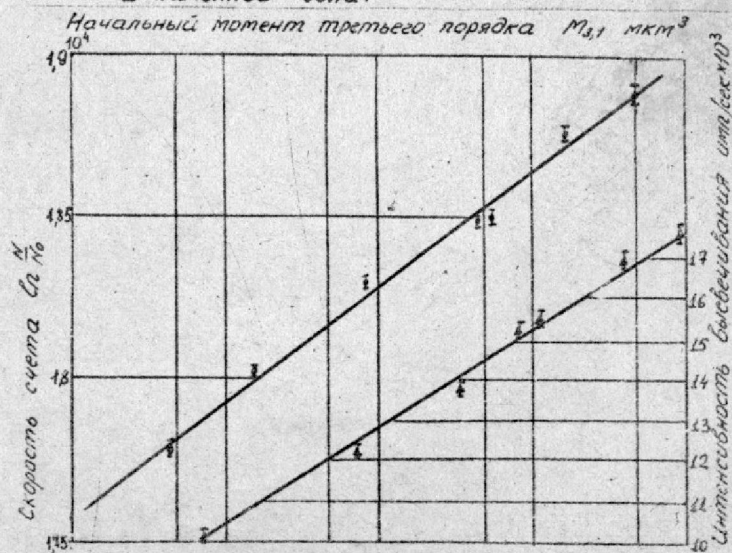


Рис. 6. Экспериментальное определение начальных моментов.

Экспериментальные данные исследования гранулометрического состава аминопласта, проведенного на этом макете, данные истории приведены на рис. 6 показали, что при сопоставлении параметров распределения полученных на макете и значений тех же параметров, полученных на основании обработки данных микроскопического анализа при определении  $\ln M_g$  и  $(\ln C_g)^2$  имеет место расхождение около 25%. Такое расхождение по-видимому можно объяснить тем, что искусственно составленные для экспериментов бинарные смеси нарушали нормально-логарифмический закон распределения, кроме этого графо-аналитический метод определения параметров распределения размеров частиц вносит дополнительные погрешности. При наличии полидисперсных сред строго подчинялись логарифмически-нормальному закону распределения, ошибка в определении  $\ln M_g$  и  $(\ln C_g)$  будет гораздо меньше.

Исследование влияния методических погрешностей на результаты гранулометрического анализа, оцененные при помощи дисперсионного анализа показали, что в исследованных пределах изменения температуры, влажности, химического состава и т.п. влиянием можно пренебречь. Однако для получения более достоверных данных о степени дисперсности сыпучего материала эти изменения необходимо либо ликвидировать, либо свести к минимуму. Хорошие результаты может дать также введение коррекций по наиболее варьирующемуся мешающему фактору в общую систему управления технологическим процессом.

#### ВЫВОДЫ

На основании проведенных теоретических и экспериментальных исследований рентгенолюминоцентного метода контроля дисперсного состава сыпучих материалов можно сделать следующие выводы:

1. Предложен и исследован новый экспрессный бесконтактный

метод анализа степени дисперсности, на базе которого может быть решена задача создания автоматических измерительных преобразователей для систем анализа и контроля дисперсности порошковых и зернистых материалов.

При этом путь к решению лежит в использовании эффектов взаимодействия рентгеновского излучения с сыпучими материалами.

2. Разработан аналитический подход к теоретическому обоснованию оптимального объема счетной выборки, обеспечивающего необходимую представительность в зависимости от заданной надежности, абсолютной ошибки и числа классов. Для упрощения расчетов в работе приводится номограмма, по которой легко определить объем выборки.

3. При определении дисперсности сыпучих материалов интегральными методами гранулометрии, т.е. методами, дающими информацию об усредненном статистическом параметре в работе доказана целесообразность использования в качестве таких характеристик начальных статистических моментов. Выбор формулы для исчисления начального момента должен при этом определяться законом усреднения (по объему частиц, по поверхности и т.д.).

4. Между усредненными статистическими характеристиками и параметрами двухпараметрического одномодального закона распределения линейных размеров частиц существует определенная функциональная зависимость, что создает предпосылки к разработке двухканальных измерительных преобразователей контроля параметров закона распределения.

5. Теоретические исследования и анализ процессов возбуждения люминисцентного излучения как в отдельно взятой частице, так и в массе сыпучего материала позволили установить зависимость между энергетической светностью возбужденного излучения и физи-

ко-механическими параметрами, характеризующими как размеры отдельной частицы, так и дисперсность всего сыпучего материала в целом.

6. Экспериментальная проверка выдвинутых предположений подтвердила возможность осуществления контроля гранулометрического состава сыпучих материалов как дифференциальным, так и интегральным измерительным преобразователем по изменению энергетической светности возбужденного люминесцентного излучения.

7. Теоретическое исследование процесса поглощения рентгеновского излучения сыпучим материалом позволило установить, что существенное влияние на ослабление потока излучения оказывает объемная масса сыпучего материала. В свою очередь, экспериментально было установлено, что объемная масса сыпучих материалов имеет весьма тесную корреляционную связь со "средневзвешенным" диаметром, который вычисляется по формуле статистического момента третьего порядка. Полученные в работе экспериментальные данные подтвердили возможность осуществления контроля степени дисперсности сыпучего материала интегральным измерительным преобразователем, основанном на использовании поглощения рентгеновского излучения в материале.

8. Теоретический анализ методических погрешностей и экспериментальные исследования влияния мешающих факторов (температура, влажность, химический состав сыпучих материалов), а также конструктивных особенностей измерительных преобразователей позволили создать экспериментальные макеты, производственные испытания которых были осуществлены на Новосибирском химическом заводе согласно договора ОТИП им. М.В.Ломоносова на разработку метода автоматического метода контроля гранулометрического состава аминопласта с НИИпластмасс г. Москве. Полученные данные позволили разработать техническое задание на проектирование опытного образца прибора

для контроля гранулометрического состава сыпучих пластических материалов.

Основные положения диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Шабаев А.Н., Наремский Н.К., Морозов Ю.А. К вопросу гранулометрии тонкодисперсных сред. Материалы отраслевой научно-технической конференции Министерства электротехнической промышленности СССР "Расчет, конструирование и исследование оборудования производства источников тока". Энергия, М., 1970.
2. Шабаев А.Н., Наремский Н.К., Недранец В.С. К вопросу автоматического измерения и анализа дисперсных сред. Материалы 2-й Всесоюзной конференции "Механика сыпучих материалов", Одесса, 1971.
3. Шабаев А.Н., Наремский Н.К. Исследование возможностей люминесцентного метода для целей гранулометрии. Сб. "Хранение и переработка зерна", сер. Комбайноремонтная промышленность, М., ЦНИИТЭИ Минзага СССР, вып. I, 1972.
4. Шабаев А.Н., Наремский Н.К., Троин Н.А. Люминесцентная гранулометрия сыпучих материалов. Сб. "Труды ВНИО Пищепромавтоматика", Одесса, вып.10, 1972.
5. Шабаев А.Н., Наремский Н.К., Морозов Ю.А. Исследование рентгеновского возбуждения с целью разработки метода анализа гранулометрического состава. Материалы отраслей научно-технической конференции Министерства электротехнической промышленности СССР. "Расчет, конструирование и исследование оборудования производства источников тока", ВНИИТ, М., 1972.
6. Шабаев А.Н., Наремский Н.К., Морозов Ю.А. Выбор источника излучения для контроля гранулометрического состава аминопласта по ослаблению потока ионизирующего излучения. Материалы отраслевой научно-технической конференции Министерства электротехнической промышленности СССР. "Расчет, конструирование и исследование оборудования производства источников тока", ВНИИТ, М., 1972.

7. Шабазев А.Н., Наремский Н.К. Определение статистических характеристик гранулометрического состава сыпучих сред", сб. "Хранение и переработка зерна", сер. Мукомольно-крупяная промышленность, М., ЦНИИТЭИ Минзага СССР, вып. I, 1973.

Основные положения диссертации доложены:

1. На отраслевой научно-технической конференции Министерства электротехнической промышленности СССР, Одесса, 1970.
2. На отраслевой научно-технической конференции Министерства электротехнической промышленности СССР, Калинин, 1971.
3. На II-й Всесоюзной конференции по механике сыпучих материалов. Одесса, 1971.
4. На XXXII научной конференции ОТИП им. М.В.Ломоносова, Одесса, 1971.
5. На Всесоюзном семинаре "Неразрушающие методы и средства испытаний конструкций и изделий из стеклопластиков и других пластмасс", Л., 1971.
6. На совещании отраслевого научно-технического совета Министерства электротехнической промышленности СССР. Л., 1972.
7. На совещании научно-технического Совета Министерства химического машиностроения СССР. М., 1972.
8. На областном семинаре "Радиоактивные изотопы и радионуклидная техника - средство автоматизации процессов в пищевой промышленности", Киевского республиканского отделения в/о "Изотоп", Одесса, 1973.

Бр 07971 24.X.73г. Объем 2,1 вл.

Уд.изд.№2,1 Бумага газетная №2 Гир 200 экз. Зак.№103

Лаборатория фотохимической печати ОТИП

г.Одесса, ул. Свердлова, 112