



(51) МПК

G01N 15/02 (2006.01)**G01B 11/02** (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006110869/28, 04.04.2006

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.04.2006

(43) Дата публикации заявки: 20.10.2007

(45) Опубликовано: 10.05.2008 Бюл. № 13

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: ЛУЗЕВ В.С., ЛУЗЕВ В.В., ГУСЬКОВ И.В. Опыт применения программно-аппаратного комплекса "анализ зернопродуктов" в гранулометрии мелкодисперсных продуктов размола // Тез. докл. к четвертой республ. научно-практической конф. "Современные проблемы техники и технологии хранения и переработки зерна". - Барнаул, 2000, с.15, 16. Свидетельство об официальной (см. прод.)

Адрес для переписки:

656049, г.Барнаул, пр. Ленина, 61, комн.801,
Алтайский государственный университет, отдел
информации, Н.А. Богатыревой

(72) Автор(ы):

Титова Олеся Ивановна (RU),
Галочкин Александр Иванович (RU),
Базарнова Наталья Григорьевна (RU),
Лузев Вячеслав Викторович (RU),
Панченко Ольга Анатольевна (RU),
Ананьина Ирина Владимировна (RU),
Горулев Олег Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

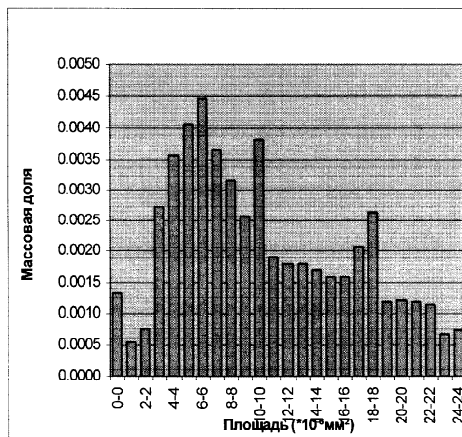
Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
Алтайский государственный университет (RU)

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ЛИГНОУГЛЕВОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

(57) Реферат:

Способ определения гранулометрического состава лигноуглеводных материалов основан на прямом оптическом методе компьютерного анализа изображений, в котором проводят измерения массовой доли и площади частиц с помощью программы по определению гранулометрического состава. Для проведения измерений частицы измельченных лигноуглеводных материалов вводят в органический растворитель, наносят в виде суспензии, предварительно обработанной ультразвуком, на стекло, накрывают другим стеклом и помещают на очищенную поверхность сканера. Для определения гранулометрического состава дополнительно определяют степень деструкции исследуемого материала. Технический результат - создание способа, позволяющего получать более точные данные о форме и размерах частиц лигноуглеводных материалов, а также предсказывать свойства получаемых в

процессе химических превращении продуктов. 2 ил., 1 табл.



Кривые распределения гранулометрического состава древесины березы (измельчение 30 мин) в этаноле
Фиг. 1

(56) (продолжение):

R U 2 3 2 4 1 6 3 C 2

R U 2 3 2 4 1 6 3 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

G01N 15/02 (2006.01)**G01B 11/02** (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2006110869/28, 04.04.2006**(24) Effective date for property rights: **04.04.2006**(43) Application published: **20.10.2007**(45) Date of publication: **10.05.2008 Bull. 13**

Mail address:

**656049, g.Barnaul, pr. Lenina, 61, komn.801,
Altajskij gosudarstvennyj universitet, otdel
informatsii, N.A. Bogatyrevoj**

(72) Inventor(s):

**Titova Olesja Ivanovna (RU),
Galochkin Aleksandr Ivanovich (RU),
Bazarnova Natal'ja Grigor'evna (RU),
Luzev Vjacheslav Viktorovich (RU),
Panchenko Ol'ga Anatol'evna (RU),
Anan'ina Irina Vladimirovna (RU),
Gorulev Oleg Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
Altajskij gosudarstvennyj universitet (RU)**

(54) **METHOD OF GRAIN-SIZE ANALYSIS OF LIGNOCARBOHYDRATE MATERIALS**

(57) Abstract:

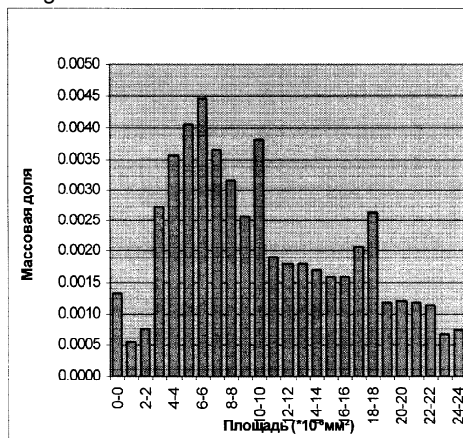
FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method of a grain-size analysis of lignocarbhydrate materials is based on a direct optical technique of the computer analysis of the plotting in which make measurements of a mass fraction and the square of corpuscles by means of the program of grain-size analysis. For conducting of measurements the corpuscle of comminuted lignocarbhydrate materials is inducted into organic solvent, put in the form of the suspension preliminarily processed by ultrasound, on glass, cover with other glass and put on the cleared surface of the scanner. For a grain-size analysis in addition the extent of destruction of an investigated material is defined.

EFFECT: creation of the method, that allow to obtain more precise information about the corpuscles' form and sizes of lignocarbhydrate materials; to predict properties of products

gained during chemical transformations.

2 dwg



Кривые распределения гранулометрического состава
древесины березы (измельчение 30 мин) в этаноле
Фиг. 1

Изобретение относится к области физико-химического анализа мелкодисперсных материалов и может быть использовано для определения гранулометрического состава лигноуглеводного растительного сырья.

Известны способы определения гранулометрического состава порошков:

5 седиментационный анализ, микроскопия, ситовой анализ. Ситовой анализ заключается в просеивании пробы исследуемого материала через набор сит, и в определении процентного содержания остатка на каждом из них по отношению к весу исходной пробы. Микроскопический анализ заключается в измерении условных размеров и в подсчете числа частиц в заданном интервале размеров либо визуально, или по микрофотографиям

10 препарата. Определение гранулометрического состава подситовой фракции порошков проводят с помощью микроскопа. Седиментационный анализ основан на зависимости скорости осаждения однородных частиц в вязкой среде от их размеров. Обычно используется осаждение твердых частиц под действием гравитационных и центробежных сил [1-3].

15 Данные способы обладают существенными технологическими недостатками: трудоемкость выполнения измерений, влияние субъективных (например, прямой метод определения гранулометрического состава проводится под микроскопом) и объективных факторов на достоверность получаемых результатов, длительная продолжительность определения, несопоставимость результатов с другими методами, тенденция к слипанию

20 частиц (конгломерации).

В заявляемом изобретении для определения гранулометрического состава в качестве анализируемых материалов используют лигноуглеводные материалы, которые в ходе подготовки к анализу измельчают на мельнице и суспендируют в среде органических растворителей.

25 Из известных технических решений наиболее близким по назначению и технической сущности к заявляемому способу определения гранулометрического состава лигноуглеводных материалов является способ применения программно-аппаратного комплекса «анализ зернопродуктов» в гранулометрии мелкодисперсных продуктов размола [4]. По этому способу зернопродукты помещают на очищенную поверхность оптического

30 прибора - распылением. Затем, с помощью программы «Измерение гранулометрического состава зерна», изображения частиц обрабатываются для получения их размеров. Основное назначение программы «Измерение гранулометрического состава зерна» - проведение измерений размеров частиц с помощью сканирования (получение изображений). Измерения могут быть произведены как на исходном, так и на

35 предварительно преобразованном изображении (в различных цветах). Полученные данные приводятся в виде гистограмм.

Общим для прототипа и заявляемого изобретения является - метод компьютерного анализа изображений, программа «Измерение гранулометрического состава зерна», лежащая в основе способа определения гранулометрического состава [5].

40 Недостатки прототипа - при нанесении анализируемого материала используется распыление, что приводит к слипанию частиц и получению искаженных результатов анализа. Кроме того, данные, характеризующие степень деструкции получают исходя из гистограмм.

В предлагаемом изобретении указанные недостатки устраняют следующим образом:

45 вместо распыления частицы образца вводят в органический растворитель (этанол), наносят в виде суспензии предварительно обработанной ультразвуком на специальное стекло, накрывают другим стеклом, помещают на заранее очищенную поверхность сканера и под давлением груза проводят измерения. Математическая обработка полученных гистограмм проводится с использованием методов математической статистики.

50 Использование программно-аппаратного комплекса для определения гранулометрического состава дает возможность получать более точные данные о форме и размерах частиц лигноуглеводного и материалов, а также предсказывать свойства получаемых в процессе химических превращений продуктов, т.е. синтезировать их с

заданными параметрами.

Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что частицы измельченного лигноуглеводного материала, вводят в органический растворитель (этанол), наносят в виде суспензии предварительно обработанной ультразвуком на специальное стекло, 5 накрывают другим стеклом, помещают на заранее очищенную поверхность сканера и под давлением груза проводят измерения количества и размеров частиц с помощью программы «Измерение гранулометрического состава зерна». Степень деструкции образцов рассчитывается с использованием методов математической статистики.

Заявляемое изобретение осуществляется следующим образом.

10 В реактор, содержащий мелющие тела в виде цилиндров (d 10×100 мм), загружают исследуемый материал - древесные опилки. Измельчение проводят на вибрационном стенде (на основе промышленного вибратора ИВ-98Б). Через заданные промежутки времени проводят отбор проб для исследования гранулометрического состава.

15 Суспензионный раствор готовят следующим образом: 0,02 г исследуемого материала помещают в стеклянный стакан емкостью 100 мл, добавляют 50 мл этилового спирта, перемешивают и обрабатывают ультразвуком с силой 30 мА. После чего в течение нескольких секунд пипеткой наносят на специальное стекло раствор в количестве 0,1 мл и накрывают другим стеклом. Стекла с суспензией помещают на очищенную поверхность сканера и под давлением груза, для увеличения площади распространения жидкости 20 между стеклами, проводят измерения количества и размеров частиц.

Органический растворитель - этанол, специально подбирают так, чтобы частицы хорошо смачивались и не образовывали конгломераты [1]. Все растворители, а также отобранные пробы исследовались с помощью программы по определению гранулометрического состава.

25 Полученные гистограммы представляют собой либо правильную, либо смещенную по максимуму кривую Гаусса, которая выражается уравнением (фиг.1):

$$y = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-(x-a)^2 / 2\sigma^2} \quad (1)$$

где a - математическое ожидание;

30 σ - среднее квадратичное отклонение.

Величины массовой доли и площади, представленные на гистограмме, не дают полной характеристики исследуемого образца. Для получения характеристичной величины - степени деструкции (k), которая является более показательной, характеризующей степень 35 измельчения, применяют дальнейшую математическую обработку данных гистограммы.

Данные этих кривых: массовая доля (y) - площадь (x) представим в виде выборки (таблица 1), над которой будут производиться математические операции (Математические расчеты представлены на примере определения гранулометрического состава древесины березы в этаноле (время измельчения 30 мин)).

1. Рассчитываем среднее значение x и y по формулам (2), (2a):

$$40 \quad x_{\text{сред}} = \frac{\sum x_n}{n} \quad (2)$$

$$y_{\text{сред}} = \frac{\sum y_n}{n} \quad (2a)$$

45 где, x - площадь частиц, мм²,

y - массовая доля частиц определенной площади

$x_{\text{сред}}=8,5$; $y_{\text{сред}}=0,0021$

2. Рассчитываем значение дисперсии D_x и D_y по формулам (3), (3a):

$$50 \quad D_x = \frac{n \sum x^2 + (\sum x)^2}{n(n-1)} \quad (3)$$

$$D_y = \frac{n \sum y^2 + (\sum y)^2}{n(n-1)} \quad (3a)$$

$D_x=28,5; D_y=0,00000132$

3. Находим значения выборочного среднеквадратичного отклонения σ_x и σ_y по формулам

(4), (4а):

$$\sigma_y = \sqrt{D_x} \quad (4)$$

$$\sigma_y = \sqrt{D_y} \quad (4a)$$

$\sigma_x=7,36; \sigma_y=0,0011$

4. Рассчитываем сумму произведения выборочных величин по формуле (5):

$$\sum x \times y = x_1 \times y_1 + x_2 \times y_2 + \dots \dots x_n \times y_n \quad (5)$$

$$\sum x \times y = 0,53$$

5. Рассчитываем значение корреляционного коэффициента по формуле (6):

$$r_b = \frac{\sum x \times y + n \times x_{\text{сред}} \times y_{\text{сред}}}{n \times \sigma_x \times \sigma_y} \quad (6)$$

$|r_b|=0,45$

6. Находим коэффициент k для построения прямой по формуле (7):

$$k = r_b \frac{D_y}{\sigma_x} \quad (7)$$

$k=0,0000000815$

7. Уравнение прямой рассчитываем по формуле (8):

$$y = k(x_i - x_{\text{сред}}) + y_{\text{сред}} \quad (8)$$

$y=-8.15 \times 10^{-8}x+0.0021$

По уравнению строится график представленный на фиг.2.

Преобразованная кривая выражается в виде прямой линии:

$$y = kx + b \quad (3)$$

здесь k соответствует $\text{tg } \alpha$ и характеризует степень деструкции исследуемого образца, b указывает среднее значение массовой доли частиц.

Преимуществами предлагаемого изобретения являются: способность контролировать процесс измерения, возможность получать точные данные о форме и размерах частиц лигноуглеводного материала, а также получать продукты с заданными параметрами и экономическая доступность оборудования.

Изобретение позволяет получать продукцию деревообрабатывающих и полимерных производств с заданными параметрами, а также органоминеральные удобрения из лигноуглеводного сырья, по полезным свойствам не уступающие минеральным удобрениям.

Таблица 1 Выборка значений массовая доля – площадь

Площадь мм ⁶ (x)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Массовая доля, $\times 10^{-2}$ (y)	1,2	11	22	19	16	12	11	11	6,5	6,4	7,2	4,7	6,5	2,8	1,3

Литература

1. Ходаков Г.С. Основные методы дисперсионного анализа. М.: Стройиздат. - 1968. 199 с.

2. Хьютсон А. Дисперсионный анализ / пер. с англ. Кругликова А.Г., ред. Голикова Т.Н. - М.: Статистика. - 1971. - 88 с.

3. Шеффе Г. Дисперсионный анализ / пер. с англ. Севостьянова Б.А., ред. Чистякова

В.П. - М.: Наука. - 1980. - 512 с.

4. Лузев В.С., Лузев В.В., Гуськов И.В. Опыт применения программно-аппаратного комплекса «анализ зернопродуктов» в гранулометрии мелкодисперсных продуктов размола // Тез. докл. к четвертой республ. научно-практической конф. «Современные проблемы техники и технологии хранения и переработки зерна», Барнаул. - 2000. - С.15, 16.

5. Свидетельство об официальной регистрации ПР ЭВМ №2002610885, РФ, 2002 г.

Формула изобретения

Способ определения гранулометрического состава лигноуглеводных материалов, основанный на прямом оптическом методе компьютерного анализа изображений, в котором проводят измерения массовой доли и площади частиц с помощью программы по определению гранулометрического состава, отличающийся тем, что для проведения измерений частицы измельченных лигноуглеводных материалов вводят в органический растворитель, наносят в виде суспензии, предварительно обработанной ультразвуком, на стекло, накрывают другим стеклом, помещают на очищенную поверхность сканера, а для определения гранулометрического состава дополнительно определяют степень деструкции исследуемого материала.

20

25

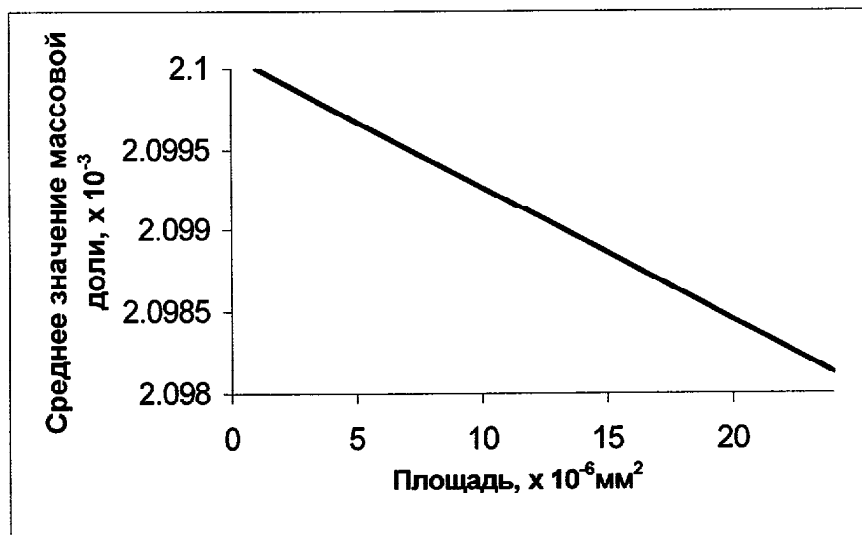
30

35

40

45

50



Зависимость среднего значения массовой доли частиц от площади (измельчение 30 мин)

Фиг. 2