

потому, что светотеневая граница прошла прямо по чувствительному элементу средства измерения.

5. Для уменьшения влияния указанных недостатков на результаты МЛС предлагаются следующие изменения методики проведения МЛС среди аккредитованных лабораторий по сертификации светотехнического оборудования транспортных средств:

1. Перед проведением МЛС разработать методику измерений, общую для всех участников. Это позволит проконтролировать не только точность оборудования и умение операторов, но и получить комплексную оценку испытательной лаборатории. сертифицируемого оборудования параметров.

2. При проведении МЛС использовать одинаковые для всех лабораторий критерии оценки образцов (по всем значимым параметрам), предоставленные провайдером испытаний. Это позволит сравнивать результаты измерений различных лабораторий более достоверно.

3. При проведении МЛС применять образцы, характеристики которых с заданной доверительной вероятностью известны провайдеру испытаний, но неизвестны ни одной из лабораторий-участников испытаний. Это особенно важно для проведения измерений световых характеристик фар, так как фара должна измеряться не только в одинаковом положении, но и с одной и той же эталонной лампой. Если лампы разные, то в результате измерений будет внесена дополнительная неопределенность ввиду разной геометрии нити накала ламп и их расположения в фаре.

Такой подход позволит произвести не только относительную оценку качества работы лабораторий, но и абсолютную оценку лабораторий (насколько сильно результат лаборатории отлич-

чается от известного). Уменьшится вероятность того, что в каждой из малого числа лабораторий производятся ошибочные измерения, и можно будет использовать статистические методы обработки информации даже при небольшом числе участников.

4. При проведении МЛС обязательно проводить измерения световых характеристик контрольных образцов не только в одной точке на оптической оси образца HV, но в нескольких важнейших точках светового распределения. Например, для фар точками, определяющими качество фары; являются B50L, 50R, 75R, 50V. Кроме того, следует обеспечить однозначность регулировки фар в горизонтальной и вертикальной плоскостях по известным значениям фотометрических характеристик в заранее оговоренных реперных точках светового распределения, например, в испытательных точках с угловыми координатами 25L, 25R, 4U, 0 2D, 0 стандартной таблицы Правил ООН №112. Это позволит исключить возможность смещения результатов измерений даже для фар с резкой светотеневой границей с одной и той же эталонной лампой.

5. Вместо простейшего дисперсионного анализа применять корреляционный анализ, который позволит не только определить, какая из лабораторий проводит измерения более качественно, но и узнать, в какой из лабораторий имеется большая неопределенность измерения углов (по значительно отличающейся межлабораторной дисперсии результатов измерений в определенном направлении). Это даст возможность выдать лабораториям рекомендации по исправлению своих измерительных установок и (или) повышению квалификации персонала.

УДК 621

## МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ НАНОРАЗМЕРНЫХ ЧАСТИЦ

Соломахо В.Л.<sup>1</sup>, Багдюн А.А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Белорусский национальный технический университет  
Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup>Республиканское унитарное предприятие «Белорусский государственный институт метрологии»  
Минск, Республика Беларусь

Наноиндустрия базируется на технологическом и научном обеспечении процессов, связанных с манипуляциями атомами и молекулами. Квантовый характер нанотехнологических процессов делает их в высшей степени зависимыми от «чистоты» исходных материалов и технологических сред. Это стимулирует развитие методов и средств измерения, в частности методов контроля технологических процессов и физико-химического состава технологических сред в широком диапазоне параметров. Производство изделий нанотехнологий требует использование технологических сред с контролируруемыми параметрами наночастиц.

Известен ряд методов измерений размерных параметров наночастиц, основанных на различных физических принципах.

Методы измерений диаметров наночастиц, можно разделить на два типа [1]: интегральные, или аналитические методы измерений, дающие информацию об ансамблях частиц, и индивидуальные (одночастичные). К первому типу относятся методы измерений размеров, такие как динамическое рассеяние света (ДРС), сорбтометрия или метод многослойной адсорбции Брюнера-Эммета-Теллера (БЭТ), рентгенофазовый анализ (РФА), акустическая спектроскопия (АС), аналитическое центрифугирование (АЦ), системы

анализа дифференциальной электрической подвижности (САДЭП). Для методов данного типа, как правило, применяется принцип объединения сигналов отклика от отдельных частиц в предположении отсутствия их взаимного влияния. Интегральный сигнал от ансамбля частиц является основой для восстановления распределения частиц по размерам при определенных физических принципах.

В методах второго типа распределение частиц по размерам формируется из набора независимых измерений размера каждой отдельной частицы. Все методы, базирующиеся на анализе изображений объектов исследований, относятся к этому классу: просвечивающая (ПЭМ) и растровая электронная микроскопия (РЭМ), атомно-силовая микроскопия (АСМ) и все их модификации. Ниже, в табл. 1 и 2, представлены классификации методов измерений наноразмерных частиц.

В данной работе будут рассмотрены самые распространенные методы измерений диаметров наночастиц.

Таблица 1 – Классификация методов измерений наночастиц по способу измерений

Интегральные методы	Индивидуальные методы
ДРС, БЭТ, РФА, АС, АЦ, САДЭП	ПЭМ, РЭМ, АСМ

Таблица 2 – Классификация методов измерений наночастиц по принципу измерений

Оптический	АСМ, ДРС
Электрический	ПЭМ, РЭМ, САДЭП
Радиоизотопный	РФА
Акустический	АС
Механический	АЦ
Химический	БЭТ

**Индивидуальные методы.** Электронная микроскопия – это совокупность электронно-зондовых методов исследования микроструктуры твердых тел, их локального состава и микрополей (электрических, магнитных и др.) с помощью электронных микроскопов (ЭМ) – приборов, в которых для получения увеличенного изображения используют электронный пучок.

Растровый электронный микроскоп (англ. Scanning Electron Microscope, SEM) – прибор, позволяющий получать изображения поверхности образца с большим разрешением (до 1 нм).

Принцип действия основан на использовании некоторых эффектов, возникающих при облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов – зондом. Как показано на рис. 1, в результате взаимодействия электронов 1 с образцом (веществом) 2 генерируются различные сигналы. Основными из них являются поток электронов: отраженных 3, вторичных 4, Оже-электронов 5, поглощенных 6, прошедших через образец 7, а также излучений: катодолумinesцентного 8 и рентгеновского 9.

Для получения изображения поверхности образца используются вторичные, отраженные и поглощенные электроны. Остальные излучения применяются в РЭМ как дополнительные источники информации.

Атомно-силовая микроскопия – это один из методов получения трёхмерного изображения поверхности материала с высоким разрешением вплоть до атомного, который относится к методам зондовой сканирующей микроскопии (Scanning Probe Microscopy - SPM).

Общим у этих методов является наличие зонда (чаще всего это хорошо заостренная игла (остриё) с радиусом при вершине ~10 нм) и сканирующего механизма (сканера), способного перемещать зонд над поверхностью образца в трёх измерениях. Обычно сканер имеет несколько ступеней регулирования положения зонда относительно образца с различной точностью и скоростью. Тонкое сканирование реализуют с точностью в сотые доли нанометра.

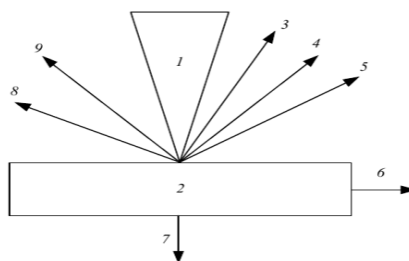


Рисунок 1 – Эффекты взаимодействия электронного луча с объектом:

1 – электронный луч; 2 – объект; 3 – отраженные электроны; 4 – вторичные электроны; 5 – Оже-электроны; 6 – ток поглощенных электронов; 7 – прошедшие электроны; 8 – катодолумinesцентное излучение; 9 – рентгеновское излучение

Работа атомно-силового микроскопа (АСМ) основана на использовании сил межатомного взаимодействия, возникающих в процессе сканирования между атомами поверхности исследуемого образца и атомами кантилевера, представляющего собой упругую консоль с основанием служащим для крепления на одном конце и острым зондом на другом (Рисунок 2).

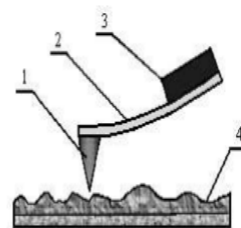


Рисунок 2 – Схематическое изображение кантилевера: 1 – зонд; 2 – консоль; 3 – основание; 4 – поверхность образца

При сканировании в результате взаимодействия зонда с поверхностью образца консоль кантилевера отклоняется от равновесного положения в ту или иную сторону в зависимости от рельефа, величина этого отклонения регистрируется системой детектирования, которая посылает в систему управления сигнал, пропорциональной величине отклонения. Система управления перемещает образец в вертикальном направлении таким образом, чтобы вернуть систему образец-зонд в равновесное положение. Одновременно перемещения зонда регистрируются и в дальнейшем интерпретируются как рельеф поверхности.

**Интегральные методы.** Стандартом ISO/AWI 15900 измерение дисперсного состава газовых сред осуществляется с помощью дифференциального анализатора подвижности (DMA).

Метод измерений основан на сепарации аэрозольных частиц по размерам при прохождении их через электрическое поле, где заряженные аэрозольные частицы меняют свою траекторию движения в зависимости от их размера, скорости потока аэрозоля, напряженности электрического поля и геометрии классификатора [3].

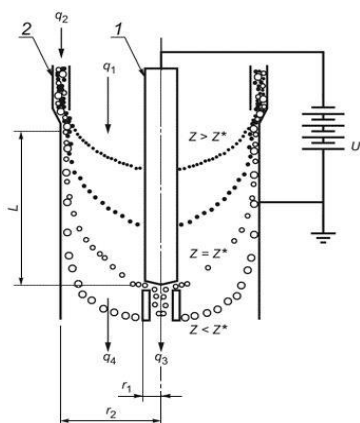


Рисунок 3 – Схема цилиндрического классификатора:  
1 и 2 – внутренний и внешний цилиндрические электроды;  $r_1$  и  $r_2$  – радиусы внутреннего и внешнего цилиндрических электродов соответственно;  
 $q_1$  – оградяющий поток;  $q_2$  – поток аэрозольной пробы;  $q_3$  – доля монодисперсного аэрозоля, выделяемая из аэрозольной пробы;  $q_4$  – избыточный поток;  $L$  – эффективная длина между входом потока  $q_2$  и выходом потока  $q_3$ ;  $U$  – напряжение, создающее электрическое поле; пунктирные линии указывают траектории заряженных аэрозольных частиц;  $Z$  – дифференциальная электрическая подвижность частицы;  $Z^*$  – дифференциальная электрическая подвижность монодисперсных частиц, выходящих из классификатора, при напряжении  $U$

Распределение заряда на частицах в зависимости от их размера основано на теоретической модели, вытекающей из теории диффузии для частиц субмикронного диапазона, основанной на приближении Фукса.

Компонентом САДЭП реализующим измерения частиц является классификатор. Он предназначен для выделения монодисперсных фракций из аэрозольного потока. Типичная схема цилиндрического классификатора представлена на рис. 3.

Стандартом ISO 22412 предусмотрено измерение размеров частиц методом динамического рассеяния света (ДРС). Иногда этот метод называется как спектроскопия корреляции фотонов или квазиупругое рассеяние света. Этот метод определен, как первичный метод измерения размера частиц. Метод ISO CD 22412 позволяет определить коэффициент диффузии дисперсных частиц в жидкости путем анализа характерного времени флуктуаций интенсивности рассеянного света. Далее, из коэффициента диффузии рассчитывается радиус частиц [2].

На рисунке 4 представлена принципиальная схема спектрометра динамического рассеяния света.

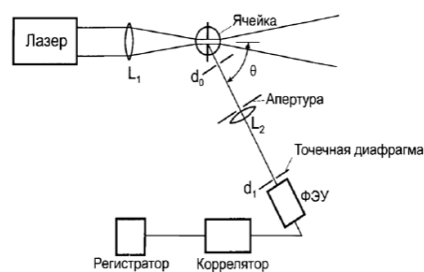


Рисунок 4 – Принципиальная схема прибора:  
 $L_1$ ,  $L_2$  – линзы,  $d_0$ ,  $d_1$  – диафрагмы

Каждый из рассмотренных методов имеет свои преимущества. РЭМ и АСМ являются универсальными методами измерения наноразмерных линейных параметров, поэтому подходят для лабораторных исследований сепарированных на подложку наночастиц. Метод ДРС позволяет определять размеры наночастиц в жидких средах, а САДЭП – анализирует аэрозоли. Поэтому, при измерении наноразмерных частиц, данные методы не заменяют, а дополняют друг друга.

На основании вышеизложенной информации можно сделать вывод о том, что для правильного и полного метрологического обеспечения измерений наноразмерных частиц необходима реализация комплексного подхода при измерении наночастиц.

#### Литература

1. Jillavenkatesa, A., Kelly, J.F. Nanopowder characterization: challenges and future directions // J. Nanopart. Res. – 2002. – V. 4. – P. 463–468.
2. Методы статического и динамического рассеяния света для исследования наночастиц и макромолекул в растворах. Уч.-мет. пособ. / К.В. Бочаров, Н.И. Марукович, А.Ю. Куксин. – М.: МФТИ, 2016. – С. 19–31.
3. ГОСТ Р 8.775-2011 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Дисперсный состав газовых сред. Определение размеров наночастиц по методу дифференциальной электрической подвижности аэрозольных частиц.