

Jacek GIERSZ
Mieczysław REMBOWIECKI

Instytut Podstawowych Problemów
Elektrotechniki i Energoelektroniki
Politechniki Śląskiej

PROBLEMY KONSTRUKCYJNE POLSKIEJ APARATURY DO
POMIARU POTENCJAŁU DZETA

1. Wstęp

W ciągu ostatnich sześciu lat w Instytucie Podstawowych Problemów Elektrotechniki i Energoelektroniki Politechniki Śląskiej w Gliwicach wykonano całą rodzinę aparatury do pomiarów potencjału elektrokinetycznego metodą mikroskopową. We wszystkich wykonanych urządzeniach została zastosowana cela kołowa systemu Riddicka, zasilona poprzez elektrody wytwarzającym pole elektryczne napięciem stałym.

Pomiar ruchliwości odbywa się poprzez pomiar szybkości ziaren wzdłuż drgi pomiarowej, znajdującej się w odległości 14,7% średnicy kapilary od jej ścianki. Potencjał liczony jest z równania Smoluchowskiego [1]

$$\zeta = \frac{4 \pi \eta}{\epsilon} \quad (1)$$

gdzie

η - lepkość cieczy,

ϵ - stała dielektryczna cieczy,

U - ruchliwość elektroforetyczna, określona wzorem

$$U = \frac{a}{V} \frac{1}{t} \quad (2)$$

$\frac{a}{t}$ - prędkość ziarna,

$\frac{V}{I}$ - gradient potencjału,

t - średni czas z szeregu pomiarów pojedynczych (np. 20; po 10 dla jednego kierunku napięcia oraz 10 po wykonaniu rewersji napięcia).

Obowiązują następujące założenia dla warunków pomiarów [2]

- średnica ziarna znacznie większa od grubości warstwy dyfuzyjnej,

- średnica kapilary na tyle duża, że można pominąć efekt ścianowy praktycznie powyżej 0,5 mm,
- ponieważ model zjawiska przewiduje istnienie pojedynczego ziarna nie uwzględniając działania ziarn sąsiednich, należy wykonać zawiesinę o małym stężeniu.

2. Wykonane w Politechnice Śląskiej konstrukcje aparatury do pomiarów potencjału ζ metodą mikroskopową

Najstarszym rozwiązaniem, stosowanym w IPPEiE był zasilacz lampowy (rys. 1). Napięcie wyjściowe regulowane 0 - 300 V, stabilizowane w zakresie 25 - 300 V. Pomiar prądu i napięcia miernikami wskazówkowymi z możliwością zmiany zakresu pomiarowego dekadowo od 100 μ A do 100 mA dla amperomierza i 100, 200 lub 300 V dla woltomierza.

Do kompletu używany był mikroskop MST 131 o maksymalnym powiększeniu 48x przy użyciu okularu z siatką. Średnica wewnętrzna używanej kapilary wynosiła 5 mm.

Pierwszą zmianą konstrukcyjną było dobudowanie do zasilacza lampowego stopera elektronicznego. Został on zbudowany z elementów półprzewodnikowych, posiadał wyświetlacz lampowy i umożliwiał pomiar w zakresie 0 - 999,9 s. Sterowanie stoperem odbywało się przy pomocy przycisku na giętym przewodzie, co umożliwiało ciągłą obserwację ziarn pod mikroskopem. Można było dodawać czasy podobnie jak w ręcznym stoperze. Istniał licznik ilości pomiarów, który w czasie trwania 10 pomiaru uruchamiał informacyjny sygnał dźwiękowy. Stoper działał jednokierunkowo, tylko "w górę".

Wykonanie celi obrotowej wirującej do pomiaru potencjału dla zawiesin silnie zagęszczonych metodą pomiaru przyrostu masy w naczynku pomiarowym w stałym polu elektrycznym [8] stworzyło konieczność zbudowania stopera, umożliwiającego sterowanie celą wirującą. Polegało to na włączeniu napięcia stałego na elektrody celi oraz napięcia przemiennego, zasilającego silnik, obracający celę na ściśle określony czas ustawiony z dokładnością do 0,1 s. Do tego celu został wykonany stoper rewersyjny, działający "w górę" identycznie jak poprzednio opisany, natomiast "w dół" z możliwością ustawienia żadanego czasu. Układ stopera był nadmiernie rozbudowany z uwagi na brak w owym czasie (1975 rok) na rynku krajowym scalonych liczników rewersyjnych, jednakże spełniał swoje zadanie zarówno przy pomiarach z użyciem mikroskopu, jak również z celą obrotową.

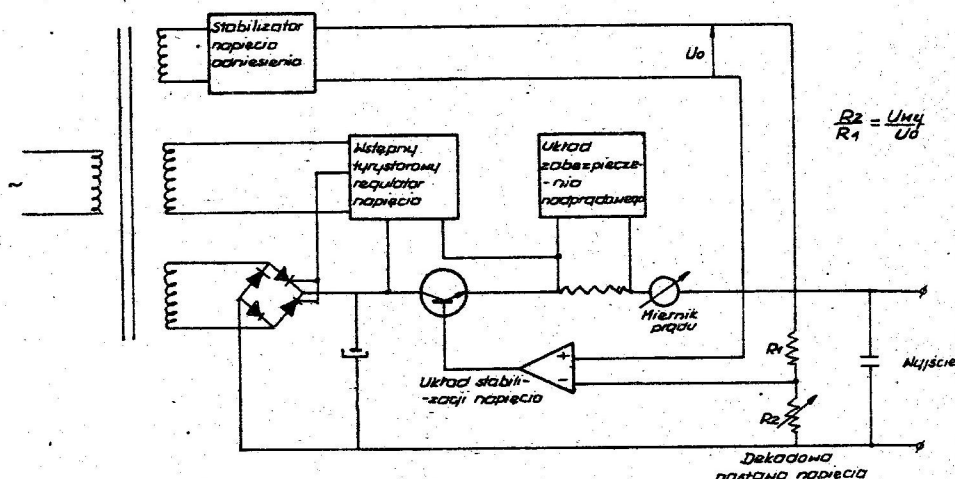
Pojawienie się krajowych tranzystorów wysokonapięciowych BF - 259 umożliwiło wykonanie zasilacza w wersji półprzewodnikowej przez połączenie dwóch takich tranzystorów równolegle. Schemat zasilacza pokazano na

do jednego z wcześniej wykonanych zasilaczy. Zamiast męczącego podglądu przez okulary mikroskopu można było oglądać poruszające się ziarna na ekranie monitora o przekątnej 0,5 m. Jednakże wydatkowanie na taki cel 150 tys. zł (koszt zestawu) nie było uzasadnione. W oparciu o zestaw BTW-1 został wykonany układ półautomatycznego pomiaru potencjału ξ , którego konstrukcja oparta została o "chip" kalkulatora produkcji polskiej ELWRO 480. Układ ten został zbudowany wyłącznie w oparciu o elementy krajowe. W skład układu półautomatycznego pomiaru potencjału ξ w tym wykonaniu wchodzi poza zestawem BTW-1 oraz źródłem napięcia stałego układ sterowania pomiarem i obróbki wyników pomiaru, współpracujący z półautomatycznym miernikiem ruchliwości ziaren, miernikiem napięcia na elektrodach celi pomiarowej oraz miernikiem temperatury próbki mierzonej. Na początku cyklu pomiarowego operator wprowadza przy pomocy klawiatury wielkości stałe, tzn.: odległość między elektrodami celi oraz wielkość odcinka, na którym mierzona jest ruchliwość ziaren. Te wielkości stałe oraz zmierzone wielkości napięcia, czasu i temperatury są podstawą do wyznaczania potencjału ξ ze wzoru (1). Pomiar czasu odbywa się w ten sposób, że operator obserwuje na ekranie monitora poruszające się ziarna między dwoma pionowymi znacznikami, ograniczającymi drogę pomiaru i potencjometrem zgrywa prędkość trzeciego, ruchomego znacznika z prędkością wybranego ziarna. Przedział czasu między przecięciem się ruchomego znacznika z obydwojema znacznikami stałymi jest wielkością podstawianą do wzoru w sposób automatyczny.

Również w sposób automatyczny układ sterowania i obróbki wyników pobiera w odpowiedniej chwili wartość napięcia oraz temperatury i wylicza wartość potencjału ξ . Cykl pomiarowy składa się z 20 pomiarów (10 + 10) po czym wyliczana jest i wyświetlana wartość średnia potencjału ξ . Skonstruowanie tego układu było istotnym krokiem naprzód w kierunku automatyzacji procesu pomiarowego. Układ ten posiada jednakże szereg mankamentów, jak: duża podatność na zakłócenia, zbyt mała szybkość liczenia układu kalkulatorowego, zbyt mała pojemność pamięci, wykonanej w postaci matrycy diodowej. Struktura tego układu uniemożliwia inną organizację procesu pomiarowego, niż każdorazowe wyliczenie wartości potencjału ξ , trwające kilkadziesiąt sekund. Układ w tej postaci można stosować tylko do pomiaru substancji wolnosedymetujących. Chcąc skonstruować układ uniwersalny, o znacznie większych możliwościach strukturalnych koniecznością stało się wykonanie układu do pomiaru potencjału ξ w sposób półautomatyczny w oparciu o system mikroprocesorowy.

Składa się on z szeregu importowanych układów scalonych, w tym mikroprocesora oraz scalonych pamięci RAM i EPROM. Elementy te zostały dobrane w ten sposób, że są to elementy produkowane przez szereg firm zachodnich, natomiast są przewidziane w komplecie do produkcji seryjnej w

rys. 2. Napięcie wyjściowe nastawia się w zakresie 0 - 300 V przy pomocy rezystancji regulowanej dekadowo. Brak dodatkowego pomiaru napięcia, nastawioną jego wartość odczytuje się z wyskalowanych w voltach nastawników rezystancyjnych.



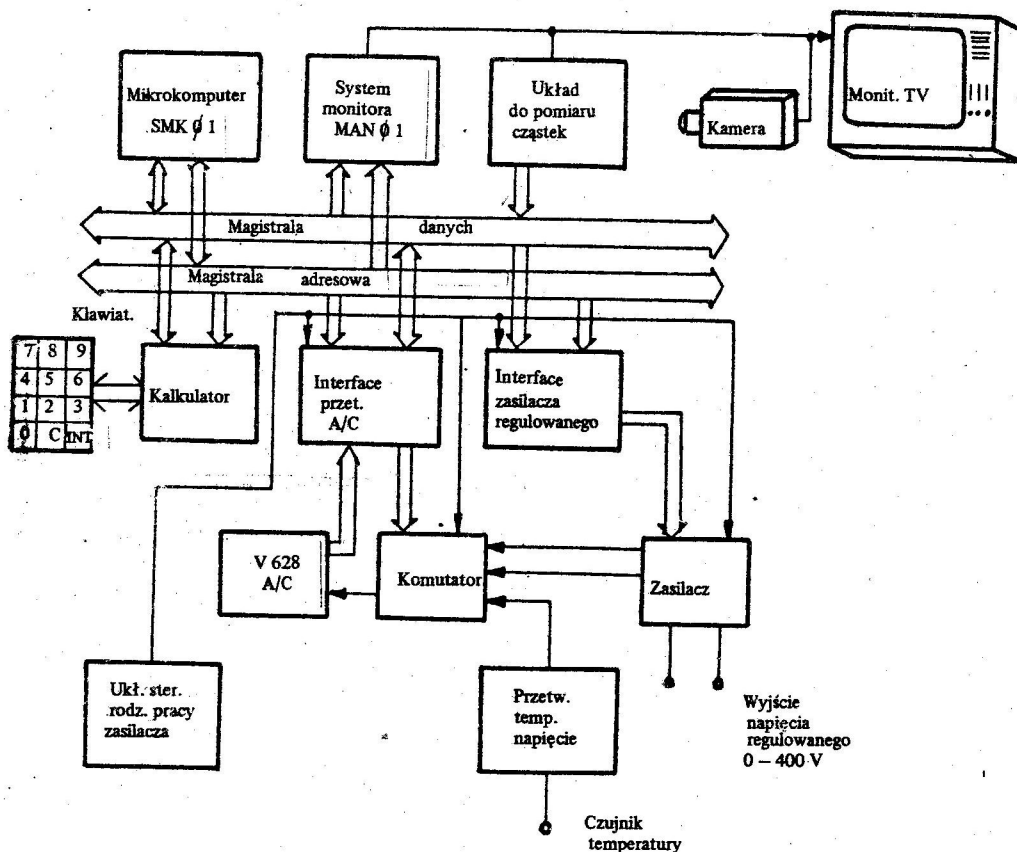
Rys. 2. Schemat zasilacza

Pomiar prądu dokonuje się przystawianym wielozakresowym miernikiem o zakresach 1 μ A - 1 mA z możliwością zwiększenia zakresu do 100 mA. Zasilacz ten posiadał szereg zalet w stosunku do lampowego, jak; możliwość precyzyjnego ustawiania napięcia z dokładnością do 0,1 V na wszystkich zakresach oraz znacznie większą sprawność energetyczną. Do wad można zaliczyć; skomplikowaną konstrukcję, konieczność dostawienia dodatkowego miernika do pomiaru prądu zakłócenie pracy stopera, znajdującego się w jednej obudowie z zasilaczem przez tyrystorowy regulator napięcia. Do kompletu używano mikroskopu MST 131 lub radzieckiego MBS - 1 o podobnych walorach.

Ukazanie się na rynku tranzystorów BDY-25 oraz liczników scalonych umożliwiło powstanie nowej konstrukcji zarówno zasilacza jak i stopera. Został wykonany zasilacz jednostopniowy, ciągły przy użyciu trzech tranzystorów BDY-25, połączonych szeregowo. Uzyskane w ten sposób napięcie wystarcza do zasilenia celi pomiarowej. Stoper, działający tylko "w górę" posiadał tylko około 30% ilości układów scalonych, używanych w poprzednim modelu.

Zakupienie zestawu telewizyjnego BTW - 1, składającego się z mikroskopu o maksymalnym powiększeniu ok. 1300x, sprzężonego z kamerą telewizyjną TPK - 16 oraz monitora umożliwiało zastosowanie tego zestawu

Polsce. Urządzenie pomiarowe zostało wykonane w oparciu o system mikroprocesorowy INTEL 8080 [6, 7].



Rys. 3. Schemat blokowy półautomatycznego dzetametru

Schemat (rys. 3). W skład zestawu wchodzi mikrokomputer, zespół monitora alfanumerycznego, zespół kalkulatora z klawiaturą, zasilacz regulowany o zakresie napięć wyjściowych 0 - 400 V, przetwornik analogowo-cyfrowy do pomiaru napięcia, prądu i przetwornik temperatura/napięcie, umożliwiające przy współpracy z przetwornikiem analogowo-cyfrowym cyfrowy pomiar temperatury cieczy w celi pomiarowej, urządzenie do półautomatycznego pomiaru prędkości ziaren w polu elektrycznym oraz mikroskopowego zestawu telewizyjnego BTV-1. Oprogramowanie mikrokomputera zapewnia właściwe prowadzenie serii pomiarów ruchliwości ziaren, a następnie dokładne automatyczne wyliczenie dla wykonanej serii pomiarowej średniej wartości potencjału ξ . Obraz z kamery, napisy, instrukcje dla operatora i wyniki pomiarów wyświetlane są na ekranie monitora. Różnica między u-

urządzeniem z systemem mikroprocesorowym a urządzeniem bez mikroprocesora dla operatora jest taka, że w poprzednim był użyty typowy monitor z zestawu BTV-1, natomiast w aktualnie opisywanym może być użyty zwykły telewizor czarno-biały, połączony z resztą systemu przy pomocy gniazda antenowego. Droga pomiaru oznaczona jest, tak jak poprzednio, dwoma pionowymi znacznikami. Pomiar ruchliwości ziaren odbywa się w sposób półautomatyczny przy pomocy "pióra świetlnego" tzn. elementu światłoczułego, którym operator oznacza na ekranie szybkość przelotu poszczególnych ziaren. Zapisanie na stałe w pamięci w postaci stabelaryzowanej wchodzącej do wzoru wartości lepkości wody η i stałej dielektrycznej ϵ w zależności od temperatury w granicach 0 - 40°C umożliwia pomiar potencjału ξ w sposób półautomatyczny tylko względem wody. Możliwość pomiaru względem innej cieczy istnieje tylko po przeprogramowaniu całego systemu lub istnieje możliwość korzystania z monitora tylko dla oglądania mierzonych ziaren, natomiast pomiary szybkości trzeba wykonać ręcznym stoperem oraz wykonać obliczenia nie korzystając z automatyki w tym zakresie.

3. Przyszłościowe zamierzenia konstrukcyjne

Konstruktorzy powyższej aparatury widzą jeszcze szereg możliwości udoskonaleń wykonanych dotychczas urządzeń i przewidują dalsze prace nad ich poprawieniem; a) dotychczas używane sposoby pomiaru czasu w układach półautomatycznych, jak: ruchomy znacznik, czy "pióro świetlne" wprowadzają niedokładności subiektywne, wynikające z precyzji działań operatora. Aby temu zapobiec zostanie opracowany układ do pomiaru ruchliwości ziaren w sposób całkowicie automatyczny metodą korelacyjną lub metodą anemometrii laserowej [4]. b) stosowanie coraz większych powiększeń stwarza konieczność stosowania kapilar kołowych o coraz mniejszych średnicach, ostatnio wykonana jest kapilara szklana o średnicy wewnętrznej 1 mm. Są to kapilary małoodporne na zniszczenie mechaniczne, a poza tym trudne w eksploatacji (problem czyszczenia). Przewiduje się zastosowanie cel o innych kształtach, np. cel płaskich zmodyfikowanych [3]. Poza tym należałoby opracować celę w pełni zautomatyzowaną, pobierającą próbki w sposób automatyczny, również automatycznie czyszczoną [5]. c) dalsze zwiększanie powiększeń stworzy konieczność innego oświetlenia celi laserem gazowym He - Ne, 2 mV, o dużych gabarytach, zarówno bezpośrednio jak również przy pomocy światłowodu dotychczas nie dały pozytywnych rezultatów. Należałoby umieścić na stałe w ścianie celi gabarytowo niewielkie diody laserowe.

LITERATURA

1. S. Glasstone - Podstawy Elektrochemii PWN, Warszawa 1956.
2. J. Lekki, S. Sobieraj, K. Gosiewski - Instrukcja obsługi dzetametrów, Gliwice 1972.
3. S.S. Duchin, B.W. Dieriajin - Elektroforeza, Wydawnictwo Nauka Moskwa 1976.
4. M. Mazur, K. Szymocha - Anemometria laserowa, PAK nr 7 1978.
5. The laser zee meter model 400 - Pen Kem Company, Cleveland
6. INTEL 8080. Microcomputers Systems User's Manual - INTEL 1975.
7. An Introduction to Microcomputers Vol II Some Real Products Adam Osborne and Associates, Inc 1976, Berkeley, California.
8. J.P. Olivier, P. Senett, Clay and Clay Minerals, 15-th Conference, New York, Pergamon Press, 1967.

CONSTRUCTION PROBLEMS OF POLISH MADE APPARATUSES
FOR ZETA POTENTIAL MEASUREMENTS

Devices for measurements of electrokinetic potential by microelectrophoresis made in the Institute of Basic Problems of Electrotechnics of Silesian Technical University have been described including the recent apparatus with microprocessor INTEL 8080. Measurement methods, main construction features and parameters of the devices are also given.