УДК 535.241:625.746.533.85

ИЗМЕРЕНИЕ СВЕТОВОЗВРАЩЕНИЯ ОТ СТЕКЛЯННЫХ МИКРОШАРИКОВ И ПРОГНОЗ КАЧЕСТВА СВЕТОВОЗВРАЩАЮЩИХ ПОКРЫТИЙ

© 2006 г. **Л. А. Иванов***, канд. техн. наук; **Д. В. Кизеветтер****, канд. физ.-мат. наук; **Н. Н. Киселев***; **В. И. Малюгин****, канд. физ.-мат. наук; **В. А. Слугин***

* ЗАО "Спецхиммонтаж", г. Сосновый Бор, Ленинградская обл.

** Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Санкт-Петербург

E-mail: vim@imop.spbstu.ru

Предложен новый метод одновременного измерения размеров и световозвращения стеклянных микрошариков, введена система статистических характеристик контроля оптического качества. Проведены измерения для различных размерных фракций в интервале 100–700 мкм. Предложен критерий оценки качества микрошариков по величине проходящей мощности, позволяющий расширить возможности методики, основанной на анализе их изображений. Показана возможность учета влияния дефектов микрошариков на световозвращающие свойства покрытий.

Коды OCIS: 310.1620, 310.6860.

Поступила в редакцию 05.04.2005.

Стеклянные микрошарики (СМШ) широко применяются для создания световозвращающих материалов – термопластиков, катафотов, сигнальных элементов и др. Используемые, например, в качестве наполнителя для краски дорожной разметки они обеспечивают эффект световозвращения падающего излучения и, соответственно, улучшают видимость разметки в ночное время. От качества СМШ в значительной степени зависит величина световозвращения (R_A). Как правило, для оценки дефектности формы и структуры используются следующие показатели: эллиптичность, наличие сплавленных "спутников", вкрапления воздуха (пузырчатость), матовость (не допускается неправильная форма СМШ или непрозрачность). Основным недостатком указанной диагностики является отсутствие непосредственной взаимосвязи между перечисленными выше характеристиками R_A.

В представленной работе предложен и использован метод оценки качества СМШ, основанный непосредственно на измерении величины R_A отдельных СМШ. Измерение светоотражающей способности и размерного состава СМШ в пробе проводилось с использованием экспериментального прибора, схема которого приведена на рис. 1.

Луч полупроводникового лазера ($\lambda = 0{,}65$ мкм) с коллимирующей системой *1*, пройдя диафрагму *2*, поворотную призму *3* и щелевую диафрагму *4*, освещал исследуемые частицы – микрошарики, находящиеся в потоке воды, проходящем через кювету *6*. Движущаяся дифракционная картина, возникающая при пересечении частицей лазерного луча, регистрировалась двухэлементным фотоприемником (ФП) *8*. Отраженное от частицы излучение, через волоконно-оптический жгут *7* (угол наблюдения $\alpha = 10°$), попадало на фотоэлектронный умножитель (ФЭУ) *9*. Сигналы с ФП и ФЭУ подавались на аналого-цифровой преобразователь микропроцессорного устройства *10*. На основании анализа формы импульсов фототока ФП определялся размер микрошариков [1, 2], а по амплитуде импульсов фототока ФЭУ, нормированных на площадь S, значение R_A [3]. Площадь вычислялась как $S = \pi D^2/4$, где D – размер частицы, измеренный в направлении ее движения (для сферических частиц D – диаметр).

Измеряемая величина R_A не зависит от размера микрошарика и определяется отношением показателей преломления материала и внешней среды $\delta n = n_{\text{СМШ}}/n_w$. Разность показателей преломления стеклянного шара и воды составляет обычно $\Delta n = 0{,}2$–$0{,}3$ ($n_{\text{СМШ}} \approx 1{,}5$–$1{,}6$, $n_w \approx 1{,}331$), соответствен-

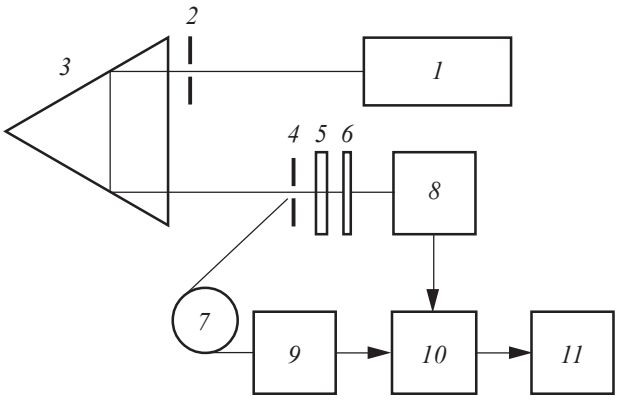

Рис. 1. Схема экспериментального измерительного прибора. *1* – полупроводниковый лазер, *2* – диафрагма, *3* – поворотная призма, *4* – щелевая диафрагма, *5* – оптическая кювета, *6* – фотоприемник, *7* – волоконно-оптический жгут, *8* – усилитель, *9* – фотоэлектронный умножитель, *10* – микропроцессорное устройство, *11* – персональный компьютер.

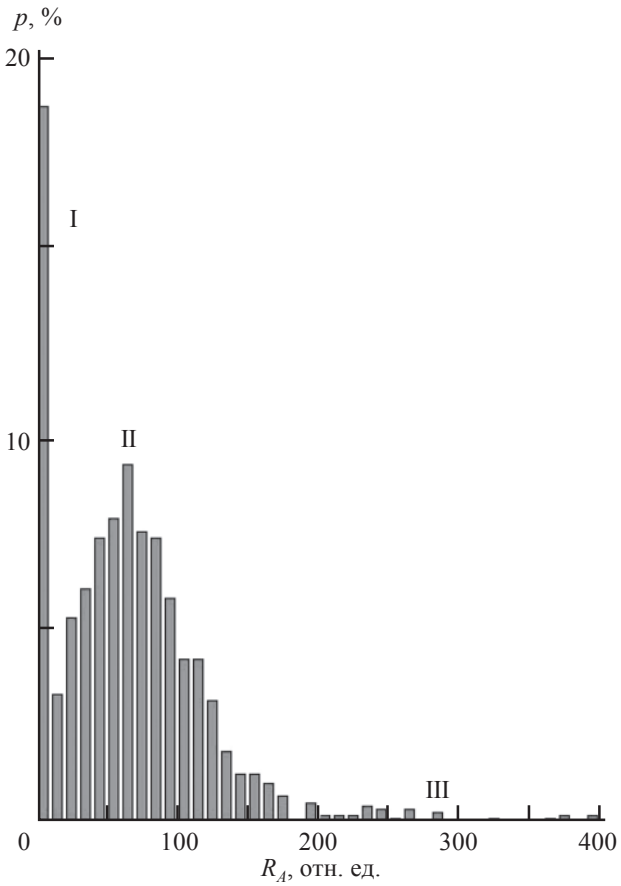

Рис. 2. Типичное распределение световозвращения СМШ в пробе.

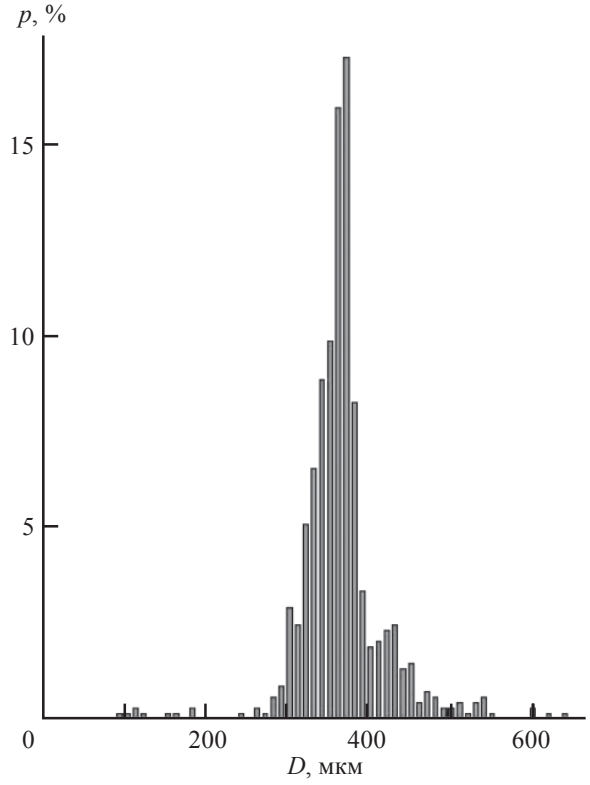

Рис. 3. Типичное распределение СМШ по размерам для фракции 315–400 мкм.

но $\delta n = 1{,}13$–$1{,}20$, так как изготовление СМШ для дорожной разметки из стекла с более высоким показателем преломления не всегда экономически оправдано. Проводились также измерения световозвращения отдельных СМШ в воздухе ($\delta n \approx 1{,}5$). В этом случае френелевское отражение от поверхности на порядок больше, чем в воде. Однако для микрошариков с размерами менее 200–300 мкм трудно обеспечить независящую от размеров подачу частиц в зону измерений, а также разделение "слипшихся" СМШ, что приводит к погрешности измерения статистических параметров. Следует обратить внимание на то, что измерение абсолютных значений коэффициента световозвращения R_A в единицах кд/лк м^2 при малой интенсивности излучения и значениях R_A менее 0,01 кд/лк м^2 представляет серьезную техническую проблему, в частности, из-за отсутствия эталонов. В связи с этим коэффициент световозвращения отдельных СМШ определялся в относительных единицах. По проведенным оценкам одна относительная единица приближенно соответствовала 10^{-4} кд/лк м^2.

Для экспериментальных исследований смесь микрошариков с различными размерами была разделена на фракции 100–200, 200–315, 315–400, 400–500, 500–630 мкм с использованием калиброванных сит. СМШ загружались в дозатор, который обеспечивал заданную концентрацию частиц в воде, их равномерное распределение в объеме и прокачку через измерительную кювету. Типичное распределение R_A в исходной смеси СМШ приведено на рис. 2. Распределение имеет три характерных участка: область I в интервале значений $0 < R_A < 10$, соответствующая низкому уровню отражения от СМШ, фактически не обладающих световозвращением (распределение приводится в относительных единицах R_A), область "нормального" световозвращения II ($10 < R_A < 250$) и область аномально высокой величины световозвращения III ($R_A > 250$). Типичное распределение СМШ по размерам $p(D)$ представлено на рис. 3. Простейшей аппроксимацией $p(R_A)$ может служить сумма δ-функции и функции Гаусса.

Для оценки оптического качества СМШ, определяемого световозвращением, введем следующие параметры:

$\bar{R}_A = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} R_{A,i}$ – среднеарифметическое значение световозвращения, $R_{A,i}$ – коэффициент световозвращения от отдельного микрошарика, n – число измерений;

$k_m = N_{\min}/N$ – относительное количество СМШ, обладающих световозвращением ниже заданного уровня $R_A < R_{\min}$, $N_{\min}$ – количество СМШ в пробе,

обладающих световозвращением ниже заданного уровня, N – количество СМШ в пробе;

$k_n = N_{\max}/N$ – относительное количество СМШ, обладающих аномально высоким световозвращением выше заданного уровня $R_A > R_{\max}$, $N_{\max}$ – количество СМШ в пробе, обладающих световозвращением выше заданного уровня;

$k_{mN} = \dfrac{N_{\min}}{N - N_{\max}}$ – относительное количество СМШ, обладающих световозвращением ниже уровня $R_{\min}$, без учета СМШ с $R_A > R_{\max}$;

$\bar{R}_N = \dfrac{1}{N_n}\sum_{i=1}^{N_n} R_{A,i}$ – среднеарифметическое значе- световозвращения, исключая СМШ с аномально высоким световозвращением, где N_n – число СМШ с $R_A < R_{\max}$;

$\bar{R}_W = \dfrac{1}{N_w}\sum_{i=1}^{N_w} R_{A,i}$ – среднеарифметическое значение световозвращения СМШ с R_A в интервале $R_{\min} < R_A < R_{\max}$, N_w – число СМШ в пробе в заданном интервале значений R_A;

σ_W – дисперсия величины световозвращения, для СМШ с R_A в интервале $R_{\min} < R_A < R_{\max}$.

СМШ, попадающие по значению R_A в области I и III (рис. 2), будем относить к категории дефектных. Микрошарики с аномально высоким световозвращением обладают либо отражающей гранью (гранями), либо неоднородностями показателя преломления, приводящими к эффекту полного внутреннего отражения на некоторой части поверхности шара с последующим обратным отражением. Отсутствие информации о характере дефектов не позволяет прогнозировать световозвращение от таких СМШ в катафотах или в краске дорожной разметки. Световозвращение от таких частиц может быть даже ниже, чем от СМШ среднего качества, а "блики" с высоким световозвращением могут появляться только при определенных углах освещения и наблюдения. Количество СМШ с указанным типом дефектов для рассмотренных нами случаев было, как правило, невелико (1–6%), однако из-за больших абсолютных значений R_A они могут существенно повлиять на величину $\bar{R}_A$. В этом случае $\bar{R}_A$ не будет в полной мере характеризовать качество СМШ, соответственно, будет затруднен прогноз качества изделий с их использованием. Микрошарики с аномально высоким коэффициентом световозвращения рекомендуется исключить из дальнейшего рассмотрения, т. е. использовать параметры R_N, R_W, σ_W. Целесообразно применять два вида нормировки – k_m и k_{mN}. Применение параметра k_m предпочтительно для описания количества дефектных СМШ в пробе, а k_{mN} – при сопоставлении с другими параметрами (R_N, R_W, σ_w), используемыми для описания статистических характеристик, в частности функции плотности вероятности $p(R_A)$ распределения коэффициента световозвращения.

Внедрение описанного выше способа прямого измерения светоотражающей способности СМШ является перспективным, но предполагает использование соответствующего приборного обеспечения. В связи с этим рассматривался вопрос расширения возможностей используемой в настоящее время методики определения дефектности СМШ, основанной на анализе их изображений. Предлагается при анализе изображений СМШ выявлять не только геометрические и структурные особенности частиц, но и непосредственно оценивать их оптические свойства. На рис. 4 представлены типичные изображения СМШ различного качества при разных условиях освещения. На изображениях, полученных с помощью микроскопа, оснащенного телевизионной камерой, видны как СМШ с малым количеством дефектов, фокусирующие проходящее излучение, так и дефектные (пузырчатые, непрозрачные и неправильной формы). Визуально дефектные (с точки зрения световозвращения) СМШ можно выявить, наблюдая их под микроскопом на просвет. Если шарик не фокусирует излучение вследствие пузырчатости или неоднородности показателя преломления, то такой шарик не будет обеспечивать световозвращение в краске или катафоте. Используемые критерии отбора по визуальным признакам – "непрозрачный" и "пузырчатый", являются субъективными и требуют дополнительного уточнения. Так как любой СМШ пропускает хотя бы некоторую часть излучения, целесообразно определить пороговую долю проходящей мощности (η), при меньших мощностях СМШ считать дефектным. Аналогично для пузырчатых СМШ, так как фактически в обоих случаях имеет место рассеяние на оптических неоднородностях в объеме или на поверхности. Теоретически для идеальной прозрачной сферы, пренебрегая отражением и полагая, что все прошедшее излучение с распределением интенсивности $I_i(x, y)$ регистрируется телевизионной камерой, можно записать

$$\int_{(S)} I_i(x,y)dxdy = SI_f,$$

т. е. интеграл от интенсивности по площади изображения СМШ (S) равен произведению этой площади на интенсивность фона I_f вокруг изображения частицы. Однако на практике объектив микроскопа имеет меньшую угловую апертуру, чем индикатриса рассеяния прозрачной сферы. Поэтому изображе-

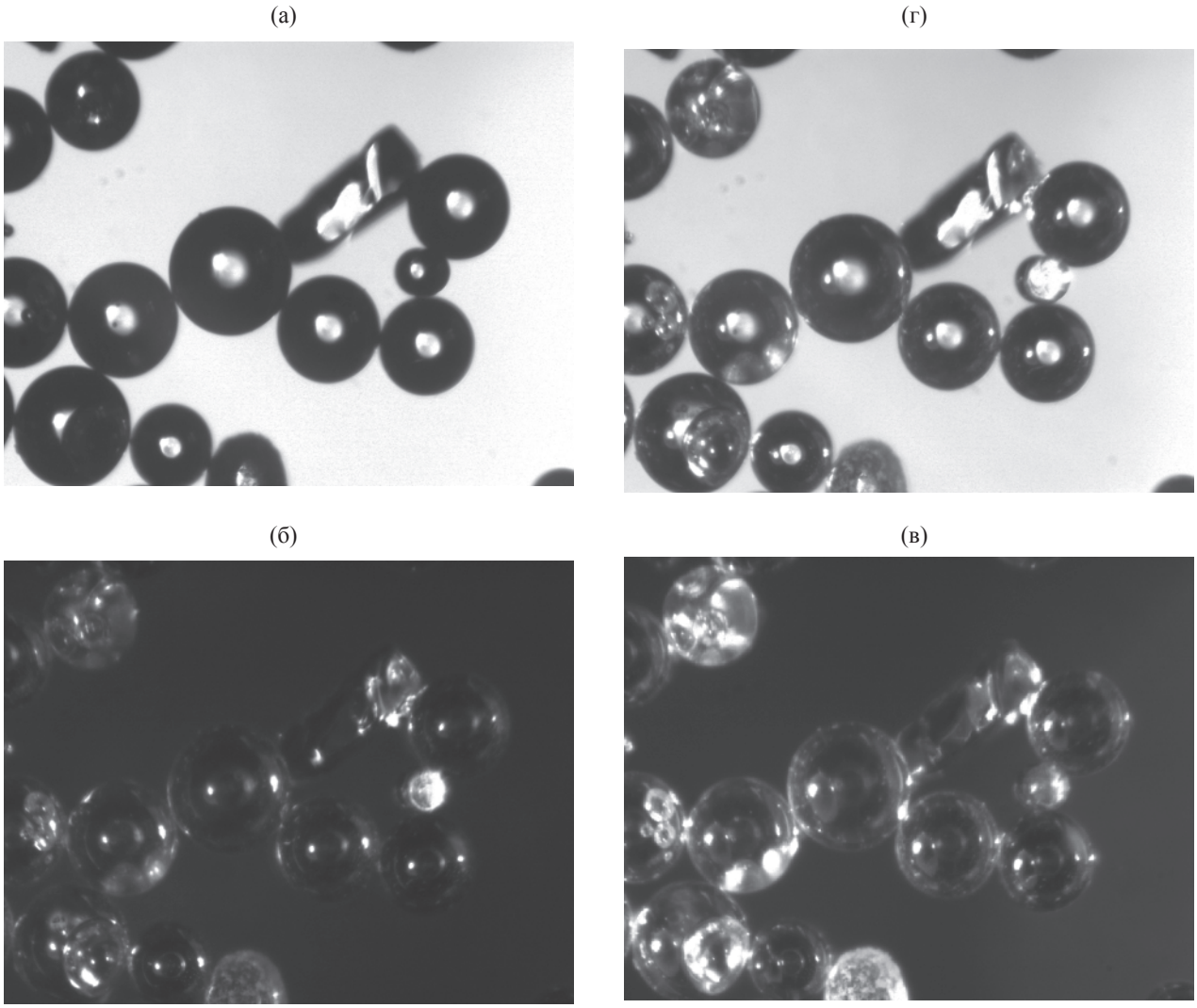

Рис. 4. Видеоизображения СМШ при различных условиях освещения: а – на просвет; б, в – боковое освещение под разными углами; г – одновременное боковое освещение и на просвет. На рис. б–г виден СМШ с аномально высоким световозвращением.

ние на ПЗС-матрице формируется лишь некоторой частью от полной мощности:

$$\int\limits_{(S)} I_i(x,y)dxdy = \mu S I_f. \qquad (1)$$

Причем величина μ практически не зависит от S и I_f. В качестве критерия разбраковки можно выбрать приводимое ниже неравенство

$$\frac{\int\limits_{(S)} I(x,y)dxdy}{\mu S I_f} < \eta.$$

При $\eta \le 0{,}1$, т. е. менее 10%, СМШ были отнесены к разряду дефектных. Указанный выбор основан на проведенных сравнительных экспериментальных исследованиях влияния уровня разбраковки СМШ на оптические качества световозвращающего дорожного покрытия. Следует отметить, что интенсивность излучения в фокусе сферических частиц существенно выше фонового значения I_f, поэтому для оценки значения интеграла (1) требуется либо использовать телевизионную камеру (ПЗС) с большим динамическим диапазоном, либо проводить измерения при различных калиброванных значениях времени открытия фотозатвора. Для исследованных СМШ (с преимущественно пузырчатым видом дефектов) уровень $\eta = 0{,}1$ дает коэффициент дефектности k_d, соизмеримый с коэффициентом k_m, определенным по измерению световозвращения от отдельных СМШ. Сопоставление полученных коэффициентов дефектности приведено на рис. 5. Как следует из общих соображений, а также из результатов, представленных на рис. 5, коэффициенты дефектности k_d и k_m взаимосвязаны, однако между ними не существует простой зависимости. На графике приведено среднее значение коэффициентов дефектности $\bar{k}$ в процентах для проб с различным гранулометрическим составом СМШ (100–200, 200–315, 315–400, 400–500, 500–630 мкм).

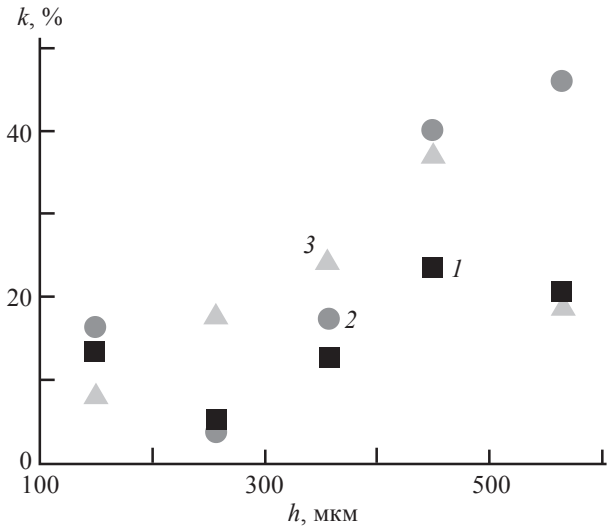

Рис. 5. Сопоставление коэффициентов дефектности $\bar{k}$, полученных разными способами для проб с различным гранулометрическим составом СМШ (100–200, 200–315, 315–400, 400–500, 500–630 мкм), h – средние значения в указанных диапазонах, *1*, *2* – коэффициенты световозвращения k_m. *1* – k_m при $R_{\min} < 5$, *2* – k_m при $R_{\min} < 10$, *3* – при определении k_d на основании анализа изображений СМШ.

Следует отметить, что параметр дефектности k_d не содержит сведений об индикатрисе рассеяния, поэтому информация о дефектности, полученная на основании анализа изображений, не является достаточной для оценки величины световозвращения как самих СМШ, так и продукции, изготовленной с их использованием. Данные о коэффициенте световозвращения отдельных микрошариков, полученные в результате непосредственного измерения, являются более объективными, так как изменение R_A фактически обусловлено дефектами формы или рассеянием на дефектах.

Рассмотрим взаимосвязь световозвращающих свойств СМШ и покрытий с их использованием. В простейшем приближении можно положить, что качественно вид распределения световозвращения для покрытия дорожной разметки или катафота изменяется несущественно по сравнению с распределением $p(R_A)$ для выборки отдельных СМШ (рис. 2). Если считать, что дефектные СМШ не возвращают излучение, то функцию плотности вероятности распределения R_A в изделии можно описать выражением

$$p\left(R_{A,p}\right) = k_{mN}\delta\left(R_{A,p}\right) + \frac{1-k_{mN}}{g\sigma_{W,b}\sqrt{\pi/2}}\exp\left(-\frac{2\left(R_{A,p}-g\bar{R}_{W,b}\right)^2}{g^2\sigma_{W,b}^2}\right),$$

где $R_{A,p}$ – коэффициент световозвращения в изделии. Полуширина распределения $\sigma_{W,b}$ и среднее значение коэффициента световозвращения $\bar{R}_{W,b}$ получены при гауссовой аппроксимации экспериментальной зависимости $p(R_A)$. Величины $R_{A,p}$ и $\bar{R}_{W,b}$ могут быть заданы в различных единицах измерений и связаны между собой коэффициентом пропорциональности g. В рассматриваемом случае $\bar{R}_{W,b}$ задается в относительных единицах, а $R_{A,p}$ – в канделах на люкс на квадратный метр (кд/лк м^2). Дефекты, связанные с неоднородностью показателя преломления, а также другие не поглощающие излучение дефекты приводят к рассеянию излучения. Поэтому на рассеивающей подложке необходимо учитывать диффузный фон. Полагая для белой краски $R_1 \approx 1$ кд/лк м^2, так как ее индикатриса рассеяния аппроксимируется функцией $\cos\alpha$, а полный коэффициент диффузного отражения близок к единице, искомое распределение $p(R_{A,p})$ представим в виде

$$p\left(R_{A,p}\right) = k_{mN}\delta\left(R_{A,p}-R_1\right) + \frac{1-k_{mN}}{g\sigma_{W,b}\sqrt{\pi/2}}\exp\left(-\frac{2\left(R_{A,p}-g\bar{R}_{W,b}\right)^2}{g^2\sigma_{W,b}^2}\right). \quad (2)$$

Используя выражение (2), можно прогнозировать изменение коэффициента световозвращения изделий с учетом дефектных СМШ или при возникновении дефектов покрытия. В простейшем приближении запишем

$$R_{A,p} = k_{mN}R_1 + \left(1-k_{mN}\right)\bar{R}^{(0)}{}_{A,p}, \quad (3)$$

где $\bar{R}^{(0)}_{A,p}$ – коэффициент световозвращения материала на основе бездефектных СМШ $(k_{mN}=0)$. С учетом возможного изменения среднего значения $\bar{R}_{W,b}$ отдельных микрошариков в покрытии более точно изменение коэффициента световозвращения изделия можно оценить как

$$R_{A,p} = k_{mN}R_1 + \left(1-k_{mN}\right)\frac{\bar{R}_{W,b}}{\bar{R}^{(0)}_{A,b}}\bar{R}^{(0)}_{A,p}, \quad (4)$$

где $\bar{R}^{(0)}_{A,b}$ – средний коэффициент световозвращения отдельных СМШ в пробе с $k_{mN}=0$.

Был выполнен расчет изменения коэффициента световозвращения покрытий при использовании СМШ с различными диаметром и степенью дефектности. Величина световозвращения для фракции СМШ 200–315 мкм была принята за “бездефектную”, хотя реально для этой фракции $k_{\min} \approx 5\%$. Результаты расчета приведены на рис. 6.

Величина световозвращения измерялась экспериментально. Для этого на слой краски “Дорога-М” наносился монослой СМШ различных размерных фракций с разной дефектностью. Толщина слоя краски после высыхания составляла 60–150 мкм. Проводились измерения при нулевом угле наблюдения β и нормальном угле освещения α, на длине волны 0,65 мкм с многократным усреднением в раз-

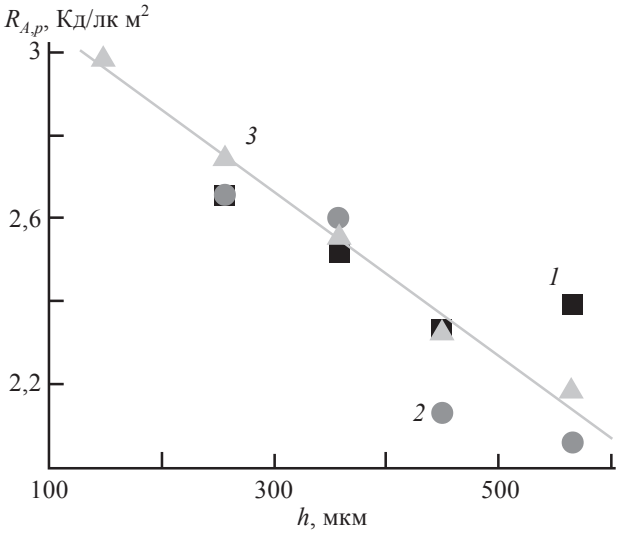

Рис. 6. Расчетные и экспериментально измеренные значения коэффициента световозвращения СМШ в краске дорожной разметки в зависимости от гранулометрического состава (на длине волны 0,65 мкм: *1*, *2* – расчетные, *3* – экспериментальные значения). Порог определения $R_{min} < 5$ (*1*) и $R_{min} < 10$ (2).

личных точках образца, а также измерения в белом свете по стандартной методике. Величина световозвращенного излучения уменьшалась по мере роста коэффициентов дефектности СМШ в соответствии с формулой (2). Имело место хорошее совпадение результатов расчетов и эксперимента – различия не превышали 10%.

Выводы

Продемонстрированы возможности использования нового метода одновременного измерения гранулометрического состава и световозвращающих свойств отдельных СМШ в пробе. Введена система статистических характеристик световозвращения СМШ и показано, что функция распределения плотности вероятности величины световозвращения для практических расчетов может быть аппроксимирована суммой δ-функции и функции Гаусса.

Предложен критерий оценки оптического качества микрошариков по величине проходящей мощности, расширяющий возможности используемой в настоящее время методики оценки световозвращения частиц, основанной на анализе их изображений.

Обнаружено, что существуют дефектные СМШ с аномально высоким световозвращением. Показано, что для расчетов отражающих свойств микрошариков целесообразно использовать статистические параметры, исключающие СМШ с аномально высоким световозвращением из рассмотрения.

На основании экспериментальных исследований установлено, что использование введенных статистических характеристик оптического качества микрошариков позволяет учитывать влияние дефектов СМШ на световозвращающие характеристики краски дорожной разметки.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Kiesewetter D., Malyugin V.* Simultaneous measurements of velocity and size of moving particles // Proc. SPIE. 2004. V. 5381. P. 200–209.
2. *Кизеветтер Д.В., Литвак М.Я., Малюгин В.И.* Способ определения скоростей частиц // А.с. 1770911, БИ. 1992. № 39.
3. Standard Test Method for Coefficient of Retroreflection of Retroreflective Sheeting Utilizing the Coplanar Geometry // ASTM Standard E810.