

Tartu Ülikool
Loodus- ja tehnoloogiateaduskond
Füüsika Instituut

Taivo Jõgiaas

**Pilootprojekt kiiresti liikuvate mikroosakeste
suuruse ja kuju visualiseerimiseks**

Magistritöö materjaliteadusest

Juhendajad: Ants Lõhmus, PhD
Rünno Lõhmus, PhD

Tartu 2012

Sisukord

Kasutatud lühendid.....	4
Sissejuhatus.....	5
Probleemi püstitus	5
Probleemi lahenduskäik	8
Kirjanduse ülevaade	11
Jäädvustamisvõtted.....	11
Varasemad mikroskoobisüsteemid liikuvatest osakestest kujutise saamiseks.....	12
Mikroosakeste jäädvustamiseks kasutatavad võtted	12
Eksperiment.....	18
Paigalseisvate objektide pildistamine.....	18
Katsed liikuvate vedelikuosakestega.....	20
Katsed tahkete osakestega.....	24
Ettepanekud seadme edasiseks täiustamiseks	28
Järeldused	29
Kokkuvõte	30
Summary	31

Lisa 1.....	32
Pöörleva digimikroskoobi tehniline kirjeldus	32
Üldine informatsioon.....	32
Detailid	32
Pöördmikroskoobi kirjeldus ja tööpõhimõte	33
Joonised.....	37
Kirjanduse allikad	38

Kasutatud lühendid

Rpm - rotations per minute, pöörete arv minutis

Rps – rotations per second, pöörete arv sekundis

Fps – frames per second, kaadrite arv sekundis

SEM – scanning electron microscope, skaneeriv elektronmikroskoop

WD – working distance, töökaugus

CCD – charge coupled device, laengsidestusega seade

Mpx – võrdne miljoni piksliga

Sissejuhatus

Käesolev magistritöö on pilootprojekt, mis on teostatud liikuvate mikroosakeste visualiseerimiseks ning sellega seotud probleemide lahendamiseks.

Esmalt tuuakse esile liikuvate mikroosakeste visualiseerimise probleemi sisu ja võimalikud lahendused ning mis mõttekäikudele need tuginevad. Kirjeldatakse vahendeid ja võimalusi, millega antud probleemi saaks lahendada. Antakse ka ülevaade alternatiivsetest lahendustest ja võrreldakse neid meie loodud lahendusega. Tuuakse välja töös kasutatud seadme omadused. Kirjeldatakse probleemi lahendamiseks koostatud seadme osi ja põhimõtteid. Sellele järgneb eksperimentaalne osa, järeldused ning kokkuvõtte. Eksperimentaalselt tehakse kindlaks antud töös koostatud pöörleva mikroskoobi võimalused liikuvate mikroosakeste, pulbriliste- või vedelikutilkade, jäädvustamisel.

Probleemi püstitus

Materjaliteaduses on järjest rohkem tänapäeval vaja hankida infot kiiresti liikuvate osakeste dünaamika kohta erinevates keskkondades. Vajadus on põhjendatud seoses tehnoloogiliste ülesannete lähtetingimuste täpsusnõuete kasvamisega. Oluline on ka sellise info töötlemiseks ja edastamiseks tarvitavate vahendite laialdane olemasolu ning kättesaadavus.

Enamus olemasolevatest süsteemidest on mõeldud seisvate osakeste jäädvustamiseks piltidena või filmituna. Kahjuks ei võimalda sellised süsteemid uurida protsesside dünaamikat, mis on enamasti üliolulised nähtuste selgitamisel. Siit tekib küsimus, kuidas lahendada olukord kiiresti liikuvate objektidega, mille liikumiskiirus ületab süsteemi kaadri ajaliskestust? Konkretiseerides võib küsida ka nii - kuidas pihustamisel vedelikupiiskade kuju või suurus mõjutab mingi kile või kihi teket? Näiteks on vastuseta küsimus, kas piiskade kuju või suuruse dünaamiline muutus mass-spektromeetri sisendis, mõjutab selle seadme tööd, saadavaid tulemusi või ei sõltu midagi? Niisugused küsimused on pidevalt aktuaalsed, kuna nii TÜ füüsika instituudis kui ka keemia instituudis on ajast aega lahendatud ja jätkuvalt lahendatakse tehnoloogilisi ülesandeid, milles määravat rolli omab mingi komponendi pihustamine nii gaasi kui vedeliku keskkonnas.

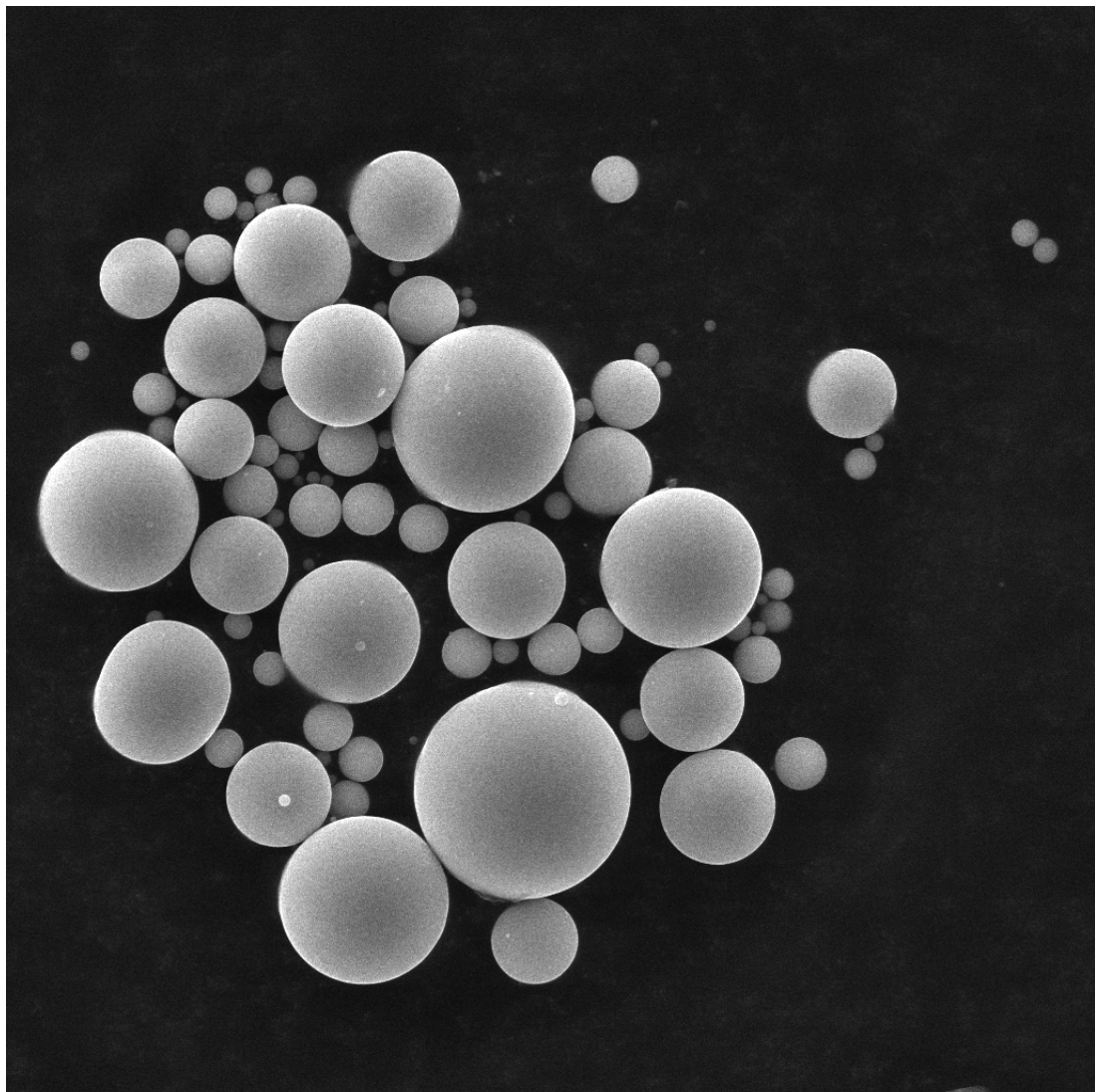
Heaks näiteks on elektrooptilise klaasi projekt ¹, kus elektrivälja toimel muudab pihustatud vedelkristalli tilku sisaldav kile valguse hajutamist/läbilaskvust. Kile tööparameetrite sõltuvust pihustatud osakeste suuruse ja kuju mõju kohta nimetatud rakenduses siiani andmed puuduvad.


TÜ keemia instituudis uuritakse mass-spektromeetriga lisandeid vedelikus². Seejuures lisandub mass-spektromeetris ka elektrostaatiline pihustumine.

Materjaliteaduses uudsete oksiidstruktuuride väljatöötamisel tuleb vedelat sool-geel prekursorit pihustada vedelikku, mille tagajärjel moodustuvad mikroskoopilised sfäärilised ja toroidaalsed struktuurid ³ (vt **joonis 1**). Teadaolevalt pole tehtud uuringuid, kuidas pihustatud vedeliku piiskade kuju või suurus korelleerub saadud struktuuridega. Seega on aktuaalne ka liikuva ja samal ajal tahkestuva osakese suuruse, liikumiskiiruse muutuse ja keha kuju muutuse visualiseerimine. Käesolevas töös peaks selguma ka koostatud seadme võimalused eelnimetatud olukordade visualiseerimiseks.

Kirjandusest lähtudes ei ole meile teadaolevalt mainitud näidisküsimuste kohta uuringuid tehtudki. Kirjanduse leidmiseks kasutati peamiselt Google otsingumootorit ja www.sciencedirect.com lehekülge. Patendiotsinguid tehti kasutades Google otsingumootrit, Euroopa Patendiameti ja USA Patendiameti lehekülgi. Otsingu sõnadeks olid nt „digital microscope“, „rotating microscope“, „droplet size distribution“, „droplet shape“, „high speed camera“.

Keeruliseks teeb kirjeldatud probleemide käsitlemise asjaolu, et võrreldes paigalseisva pildisüsteemiga saaksime liikuvat objekti pildistades moonutatud, reaalsusest erineva kujutise. Mida kiiremini jälgitav objekt liigub, seda pikemaks on selle kujutis pildil veninud. Siin võib pakkuda lahendusena kiiremat pildistamist (säriaja lühendamist), nii et objekt ei jõua selle aja jooksul liikuda („venida“), kuid takistuseks võib muutuda digitaalsete kaamerate sensorite tundlikkus ja töökiirus.



SEM HV: 20.00 kV WD: 7.6102 mm
View field: 60.65 μm Det: SE
Date(m/d/y): 05/12/10 pikker
10 μm VEGA\\ TESCAN
Performance in nanospace 

Joonis 1. SEM pilt eelnimetatud (seisvatest) mikrosfääridest artiklist [3], mis on valmistatud sool-geel meetodiga prekursori kiire pihustamisega reageerivasse lahusesse.

Käesolevas töös on eesmärgiks teostada piloot-projektina pöörleva mikroskoobiga uurimus liikuvate mikroosakeste suuruse ja kuju visualiseerimisest, mis vastab järgmistele tingimustele:

- Saada hea kvaliteediga kaadreid võimalikult väikestest liikuvatest vedeliku või tahke aine osakestest. Kuna tegemist on optilise süsteemiga, jääb osakese mõõtmete miinimum umbes 1 μm piiridesse, vibratsioone ja muid segavaid asjaolusid mitte

arvestades.

- Saadud piltide kvaliteet peab olema võimalikult lähedane samas suurusjärgus (või samadest) paigal seisvatest objektidest tehtud piltidega.
- Mikroskoobi pöörlemise kiirus peab olema reguleeritav, et seda saaks seadistada osakeste liikumiskiirusega võrreldavaks.
- Lahendada küsimus sobivatest valgustamistingimustest

Probleemi lahenduskäik

Kirjeldatud probleemi lahendamiseks püstitati järgmised ülesanded:

- * Selgitatakse patentide ja teaduskirjanduse alusel, mismoodi on analoogseid probleeme lahendatud.
- * Töötatakse välja originaalkonstruktsioon, millel meile teadaolevalt lähemad analoogid puuduvad.
- * Ehitatakse vastav seade
- * Uuritakse seadme sobivust püstitatud probleemi lahenduse saavutamiseks ja selgitatakse vajadusel välja võimalused seadme edasiseks täiustamiseks.
- * Kiiremate tulemuste saamise seisukohast peab kogutud info olema kergesti töödeldav, säilitatav ja edastatav.

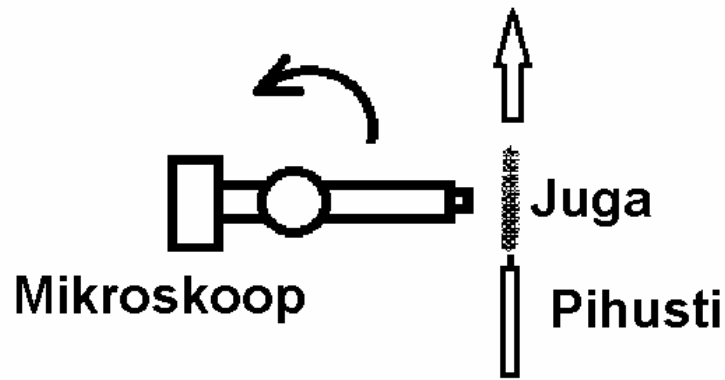
Liikuvat objekti saab pildistada nt. kiirkaameraga (nõuab väga head valgustatust) või objektiga nõ kaasa liikudes (pildistamissüsteemi kiirus võrdne objektiga). Käesolevas töös on lahenduseks valitud kaasaliikumine, sest esmasel hinnangul on selline süsteem odavam ja valgustuse aspekt ei ole nii tõsine. Pildisüsteemi liigutamiseks tuleb süsteemi integreerida mootor, mis võib tekitada mõõtmisi segavaid vibratsioone.

Kaasaliikuva kaamera trajektoor võib olla kas lineaarne või ringjooneline. Kõigist teistest liikumistrajektoridest (hüperboloidne vms.) on teostatavuse keerukuse tõttu hoidutud. Meie lahenduses on valitud ringjooneline liikumine, mille valiku põhjendus selgub järgnevatest lõikudest.

Lineaarne liikumine tähendaks osakestega paralleelselt liikuvat pildistamissüsteemi, millele mõjuvad kiirendused ei tohi tekitada süsteemile kahjustusi. Kuna pildistamissüsteemile mõjuvad kiirendused peavad seadme kahjustuste vältimiseks olema sujuvad, vajab seesugune positsioneerimis-süsteem kaamerat liigutava mootori ülitäpset kontrolli; kusjuures töö tsüklilise iseloomu tõttu tuleb kaamerat aegajalt liikumisraja lõppu jõudnuna tagasi algasendisse tuua. Samas on lineaarse lahenduse korral tõenäolisem uuritava osakese pikema ajalisem fookuses püsimine suurem, sest pihustist väljuvatel osakestel on eelistatud liikumissuund sirge, aga mitte nt. hüperboolne trajektoor. Seeläbi on suurem tõenäosus saada ühest osakesest mitu pilti.

Ringliikumine võib toimuda pidevalt, mis on ka peamine eelis lineaarse süsteemi ees. Pöörlemist on ka lihtsam kontrollida, kui lineaarselt liikumist. Pöörleva liikumise võib väikse pöördenurga jooksul esimeses lähenduses lugeda sirgjooneliseks, kui seadme pöörlemisraadius on tunduvalt suurem uuritavast lõigust.

Eelnevast saab teha järgmised järeldused. Vajalik on seade, mis pidevalt pööreldes pildistab jälgitavaid objekte ja salvestab info, ehk digitaalne pöördmikroskoop. Lihtskeem sellisest seadmest on **joonisel 2**. Seadmega saab nii filmida kui ka pildistada. Pildistamiseks saab lülitada fotoaparaadi distantlülitit just sellisel hetkel, kui mikroskoop on joaga risti. Selleks paigutati distantlülitit kaamera alla ning kinnitati alusplaadi külge üle lülitit libisev keel, mille asukoht oli muudetav (vt. **Lisa 1 joonis 2**).



Joonis2.Lihtsustatud skeem pöörlevast mikroskoobist. Pihustiga tekitatud osakeste joast liigub samas suunas mikroskoop pööreldes mööda. Pildistamine toimub objektiivi ja joa ristseisus.

Saab esitada ka mõned lisanõuded:

- seade peab ühe pöörde jooksul hankima võimalikult palju ja kvaliteetset infot.
- objektiivi kaitsmiseks peab see olema eraldatud (nt. vahetklaasiga) osakeste voost, mis suundub risti võrreldes pildistamisteljega (kindlasti mitte objektiivi poole ehk peale).

Kirjanduse ülevaade

Jäädvustamisvõtted

Tõenäolisemalt on kõige kasutatavam süsteem liikuvate objektide filmimiseks ja pildistamiseks kiirkaamera. Need kasutavad tänapäeva tipp-elektronika CCD sensoreid ning võivad salvestada üle 1000 kaadrit sekundis. Sellise jäädvustamiskiiruse juures on sekundis tekkiv andmehulk 10 GB või rohkem, mis võib tekitada probleemi andmete salvestamisel pikemate protsesside korral. Seda aitab vähendada info paralleeltöötlus (nt paralleelne salvestamine). Teadaolevalt kiireim kaamera suudab salvestada isegi kuni kiirusega 200 miljonit kaadrit sekundis. Niisuguse kiirusega saab jälgida näiteks purunemise protsesse materjalide tulistamisel. Suur kiirus saavutatakse enamasti lahutusvõime vähendamisega ⁴.

Kiirkaamerate üheks probleemiks on tugeva valgustuse vajadus, sest iga kaadrit säritatakse väga lühikest aega, mistõttu CCD sensoris ei jõua tekkida liiga nõrga valgusvoo korral küllaldaselt fotoelektrone, mida edasi töödelda. Kaamera tundlikkus sõltub selle valmistamisest ehk tootjast ja seega ei saa täpselt öelda, millise valgusvoo juures ei toimi seade enam rahuldavalt. Valgusvoo võimsuse suurendamine, näiteks täpiks fokuseeritult, viib omakorda teise olulise küsimuseni – valgusvoo tiheduse mõju uuritavale objektile? Valguse neeldumisega kaasneva soojuse mõjul võib objekt modifitseeruda.

Töös kasutatavas metoodikas on pildistamiseks digitaalne peegelkaamera Nikon D90 (vt. **Lisa 1**) ning kujutise suurendamiseks optilistele mikroskoopidele välja töötatud objektiiivid ning okulaarid. Süsteemi koostamisel on lähtunud juba olemasolevatest elementidest ning TÜ FI töökoja võimalustest. Süsteemi teeb unikaalseks koostatud digimikroskoobi pöörlemine. Kiirkaameratel pole tavaliselt mingeid suuri liikuvaid osasid, mistõttu võib käesolevas töös planeeritu teostamisel osutada takistuseks näiteks seadme võimalik vibratsioon. Seadme üheks omaduseks on ka võimalus kasutada teda tavapärase digimikroskoobina. Mikroskoobi saab ülejäänud konstruktsioonist eemaldada, et seda vajadusel muudes rakendustes kasutada. Nii on välja töötatud süsteem universaalsem ning võimaldab pildistada/filmida kuskil mujal juba ülesse seatud katsetusi või olukordi, kus protsessi pole jälgitav klassikalise optilise mikroskoobi konfiguratsioonis.

Varasemad mikroskoobisüsteemid liikuvatest osakestest kujutise saamiseks

Antud peatükk annab ülevaate meie töös loodud süsteemi erinevusest olemasolevatest seadmetest.

Patendiotsingu põhjal selgub, et leidub küllaltki palju süsteeme, mis täiendavad või asendavad juba välja töötatud mikroskoobisüsteeme^{5, 6, 7, 8}. Leidub ka eriskummalisi seadmeid. Näiteks pöörlev võnkuv optiline skaneeriv seade⁹, kus skaneeriv osa on pandud võimalikult sujuvalt pendeldama.

Mitmed leiutised puudutavad uuritava objekti valgustamist mikroskoobis. Kasutatakse näiteks kaarlampe ja nende valgusvoo kontrollimist¹⁰, meetodeid erinevate valgusallikate ja valgustamise võimaluste kombineerimiseks¹¹, tumeväljaga valgustatust¹², lihtsalt optiliste elementidega valgustuslahendused^{13, 14} või spetsiifilisema rakenduse jaoks (vääriskivide uurimine) mõeldud valgustamissüsteemid¹⁵.

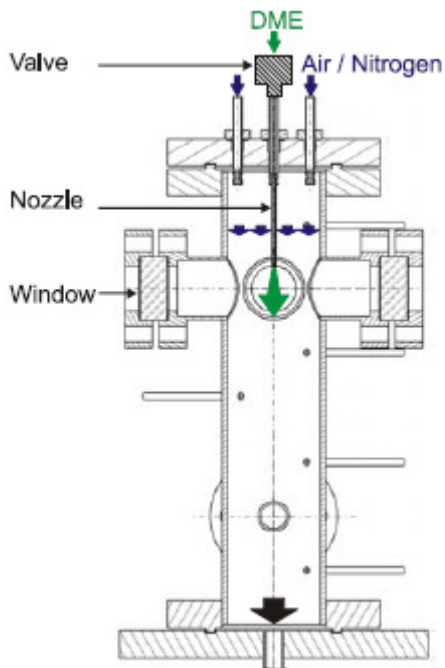
Ükski eelnimetatud patentidest ei ühti meie poolt konstrueeritud seadme kirjeldusega ega võimalustega. Tavaliselt on kasutatud ikkagi kiirkaamerat liikuvate objektide pildistamiseks, võrreldes võimalusega panna fotoaparaat objektiga kaasa liikuma. Patendi-uuringus ei leitud ühtki lähemat analoogi, mis oleks piisavalt sarnane meie lahendusega.

Mikroosakeste jäädvustamiseks kasutatavad võtted

Siin peatükis antakse lühike ülevaade peamistest meetoditest mikroosakeste või piiskade uurimiseks kasutatavatest tehnilistest lahendustest.

Leidub mitmeid uurimusi mikroskoopiliste piiskade kohta ja seda väga erinevate vaatenurkade alt. Näidetena võib tuua artikli¹⁶, mis uurib vesi-õli mikroemulsiooni mõju vasega kaetud trükkplaatide söövitamisele. Palju on keskkonnanähtude uurimise töid, kus käsitletakse erinevaid piiskasid ja udusid. Näiteks artiklis¹⁷ uuritakse vähem kui 2,5 µm suuruste atmosfääris leiduvate piiskade korrodeerivat mõju Zn pinnale. Tehnikaga on seotud artikkel¹⁸ ja ettekanne¹⁹, kus uuritakse kütuste pihustamist (või pihustumist), mille tarvis kasutatakse piiskade suuruste leidmiseks lasereid.

Töös [19], on sarnasusi käesoleva töö püstitusega. Selles tuuakse ära kütuse pihustamise simulatsioonis tekkinud piiskade suuruste jaotus ja kiirused. Pihustatavaks aineks on dimetüüleeter, mida siis võrreldakse diislikütusega. Allpool toodud **joonisel 3** on kasutatud uurimisseadme põhimõtteskeem.

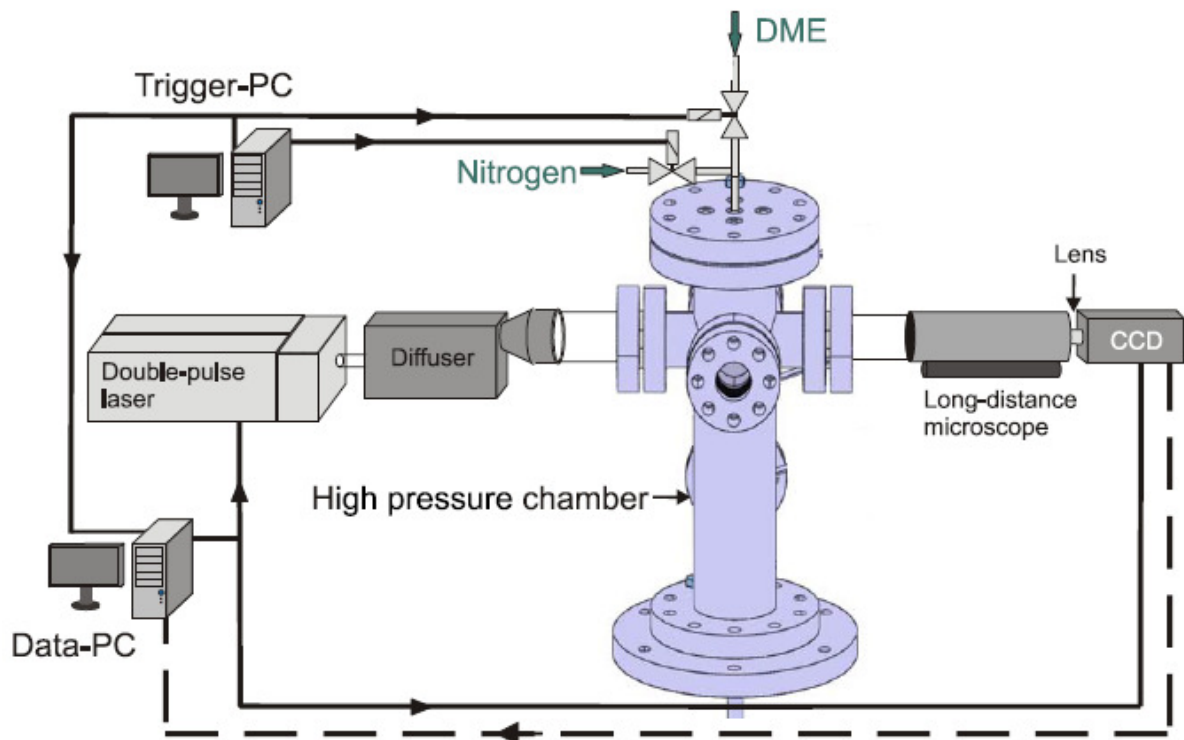


Joonis 3. Seade kütuse pihustamise simuleerimiseks. Nii gaasid kui kütus liiguvad ülalt alla. Seade on ehitatud nii, et võimaldaks kasutada erinevaid rõhke ja temperatuure (nii kütusel kui ka pihustuskeskkonnal).

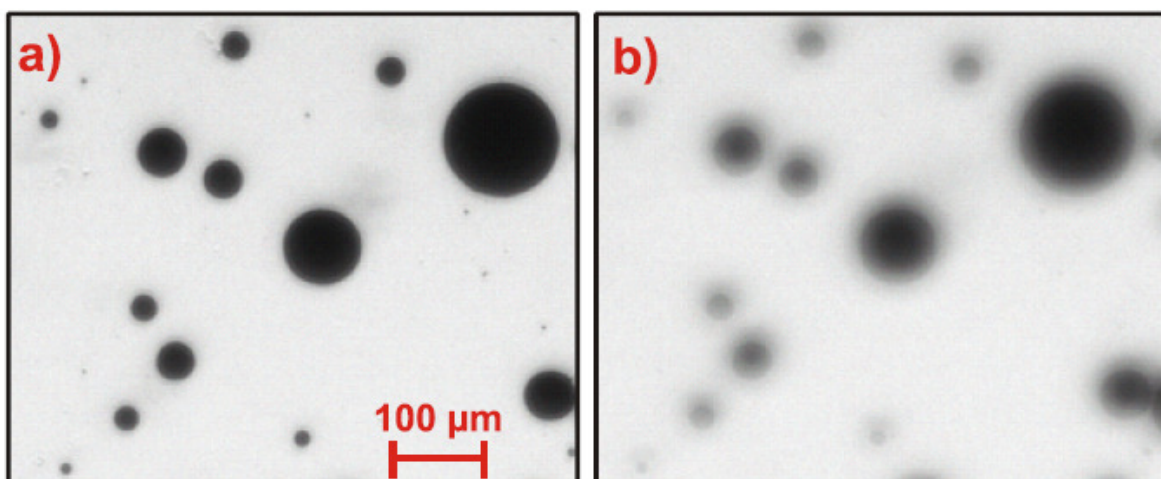
Käesoleva töö raames ei ole ehitatud pihustuskambrit, kuid selline täiendamise võimalus on põhimõtteliselt olemas. Eeskätt oleks see vajalik, kui pihustatav aine on nt. tervisele ohtlik või tuleks muul põhjusel (õline, värviline, radioaktiivne vms.) ülejäänud keskkonnast eraldada. Kindlasti aga tuleb kaitsta mikroskoobi objektivi uuritavate osakestega saastumast. Seepärast on pihustatud juga eraldatud kaamera kambri kile-aknaga.

Joonisel 4 on toodud artiklis [19] kasutusel olnud piiskade jäädvustamise skeem. Piiskade valgustamiseks kasutatakse laserit ning saadud info salvestamiseks CCD kaamerat. Täpselt samasugust valgustamist võib sisuliselt kasutada ka käesolevas töös. Optilise osa tööpõhimõte on lihtne. Laser valgustab piiskasid tagantpoolt ja kaamera näeb piiskade varjusid. Oluline on veel märkida, et kasutatakse mikroskoopi, mis projitseerib piiskade kujutise CCD kaamerale.

Siin tuleb kohe meenutada, et mikroskoopidel on teatud nn töökaugus (ingl k *working distance*), kust saadakse teravad kujutised ja objekt, mis on nt. kaugemal, on fookusest väljas ning pildil udusemad (vt. ka **joonis 5**).



Joonis 4. Piiskade jäädvustamise süsteem artiklist [19].



Joonis 5. Klaasile sadestatud õhukesekilelised metallist ringid: a) fokaaltasandil ja b) 0,5 mm väljas.

Keeruline on asjaolu, et kaamera “näeb” fokuseeritud piiskasid ning ülejäänud pihustatud aine ruumilist suurusjaotust pole võimalik mõõta. Sellest lähtuvalt iseloomustatakse eeskätt piiskasid, mis on pihustamisel tekkiva koonuse välisosas ning siseosas olevate piiskade kohta info saamine on välisosa piiskade poolt tekitatud varjestatuse tõttu takistatud.

Rääkides lisaks suurusjaotuse mõõtmisele ka piiskade muude omaduste mõõtmistest, siis enamuse artiklites vaadeldakse mingil pinnal püsivat piiska ja selle märgamisnurka. Selle kohta on teoreetilisi mudeleid ning katseid (nt. piiskade jäätumise modelleerimine tuuletunnelis, mikrokanalitega Al plaadi märgamine)^{20, 21, 22, 23, 24}. Enamasti otsitakse seoseid piiskade suuruse mõjust mingile uuritavale nähtusele (nt. kütuse põlemine, soojusülekanne)^{25, 26, 27, 28, 29}.

Kui rääkida jälgitavatest objektidest, siis need võivad olla tahkel või vedelal kujul osakesed, mis mikroskoobi vaatevälja mahuvad. Sama lugu on liikuvate osakestega, aga siin tekib küsimus vedelate piiskade korral. Nimelt sõltub vedeliku osakeste suurus tekitamistingimustest – vedeliku viskoossus, temperatuur, rõhk, pihustamisava suurus. Antud töö peamiseks eesmärgiks on selgitada selliselt koostatud süsteem võimalusi erinevate osakeste visualiseerimiseks. Seega pole otseselt eelnimetatud suuruste (temperatuur, viskoossus, pihustiava suurus) mõju vaja mõõta.

Käesolevas töös kasutatakse vedelikupiiskade tekitamiseks suruõhuvärvipüstolit, millel on 7 ml pihustatava aine paak ja 0,4mm suurune pihustusava, töö rõhk 1,0-4,1 bar.

Vedelikest kasutatakse piiskade tekitamiseks vett. Tahketest osakestest kasutati lihvimispulbrit, mille osakeste suurus oli keskmiselt 200 µm.

Osakeste filmimiseks koostati mikroskoobi objektiivist (suurendus 100 x vee puhul), okulaarist (suurendus 6 x) ja fotoaparaadist optiline süsteem, mis pandi pöörlema nii, et pöörlemise suund ühtiks osakeste tõenäolise liikumissuunaga. Tahkete osakeste uurimisel kasutati 100 x suurendusega objektiivi asemel 10 x suurendusega objektiivi. Kuna pöörlemiskiirus on reguleeritav (ja teada), siis on võimalik jälgida erinevate kiirustega liikuvaid osakesi. Iga pöörde käigus avatakse osakeste jälgimiseks katik (puhastab ka mikroskoobi kaitseks mõeldud eraldusklaasi) ning mikroskoobi mööda liikumisel filmitakse läbi klaasi paistvaid osakesi.

Info saamiseks kasutatakse eelistatult fotoaparaadi filmimise funktsiooni. Põhjendus selleks on sekundis saadavate kaadrite arv. Kasutusel olev aparaat filmib tavalise kiirusega 24 kaadrit sekundis, mis annab suurema tõenäosusega rohkem pilte, kus liikuvad osakesed on tuvastatavad, sest ajaühikus saadavate kaadrite arv on suurem, võrreldes pildistamisega, mille kiirus on kuni 4,5 kaadrit sekundis. Üksikuid pilte tehes ei pruugi alati just õigel ajal õiges kohas osakesi olla. See tähendab ka, et tuleb teha rohkem pöördeid sobilike piltide saamiseks, aga kasutades filmimist on kaadrite arv suurem ühe pöörde kohta, millest tuleneb suurem tõenäosus osakeste sattumiseks mõnele kaadrile. Tekkinud info salvestub esmalt fotoaparaadis olevale mälukaardile, kust need loetakse arvutisse ning sorteeritakse ja töödeldakse analüüsiks sobivasse vormi. (Vt ka seadet **joonisel 6** ning **Lisa 1**.)



Korundi puistamise toru

Joonis 6. Koostatud seade, mille peamised osad on kaamera, tuubus (milles asub okulaar), objektiiv ning statiiiv, millega fikseeriti pihustamiseks/puistamiseks kasutatud seadet.

Põhimõtteliselt saab liikuvast osakesest tehtud pildile kvaliteedi hinnangu võrreldes seda paigal objektidest tehtutega. Selline „mõõtmine“ on siiski üpris meelevaldne ja subjektiivne.

On veel võimalus kasutada kiirelt liikuva pildi saamiseks välklampi. Sel juhul määrab pildi

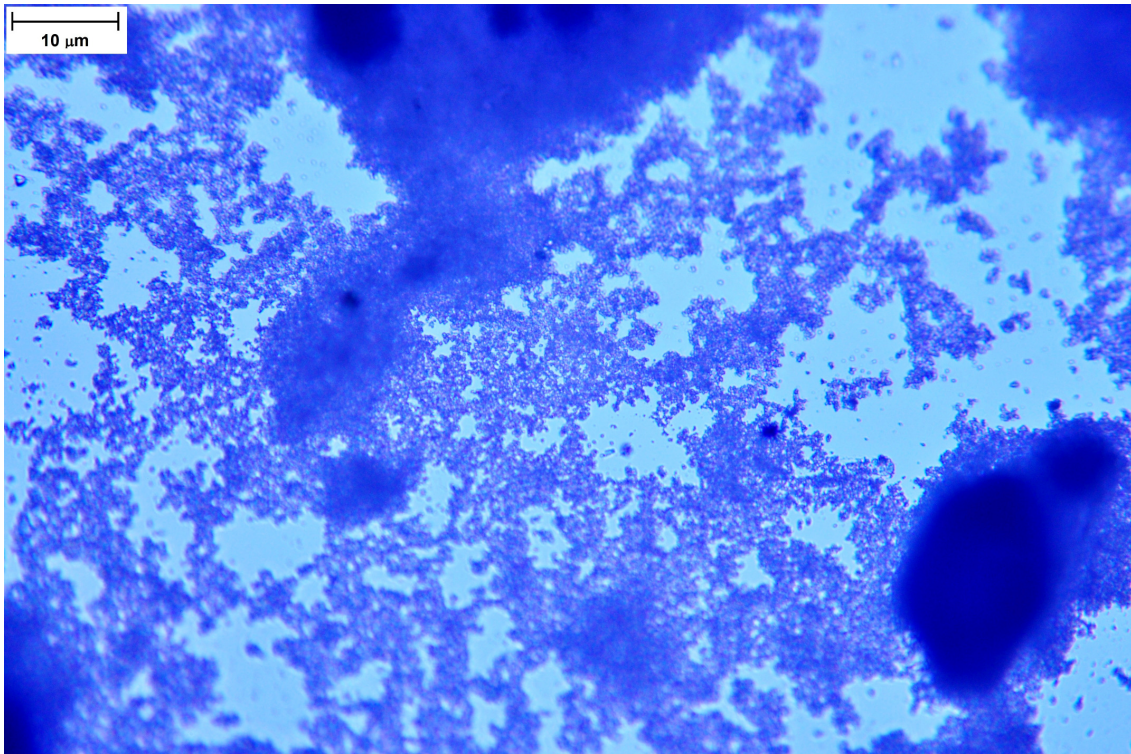
kvaliteedi valgustuse ajavahemik. Antud tööst on see võimalus välja jäetud, kuna väga kiire ja võimsa sähvatuse mõju uuritavale objektile on eksperimentaalselt raske välja selgitada. Kiireimad sähvatused saadakse eksimeerlaseriga. TÜFI-s on kasutada laser, mille sähvatuse pikkus on vaid 2 ns. Arvestades asjaolu, et eksimeerlaseri sobitamine konstrueeritud süsteemi on tülikas ja sisaldab sähvatuse mõju määramatust objektile, otsustati kasutada teisi võimalusi.

Eksperiment

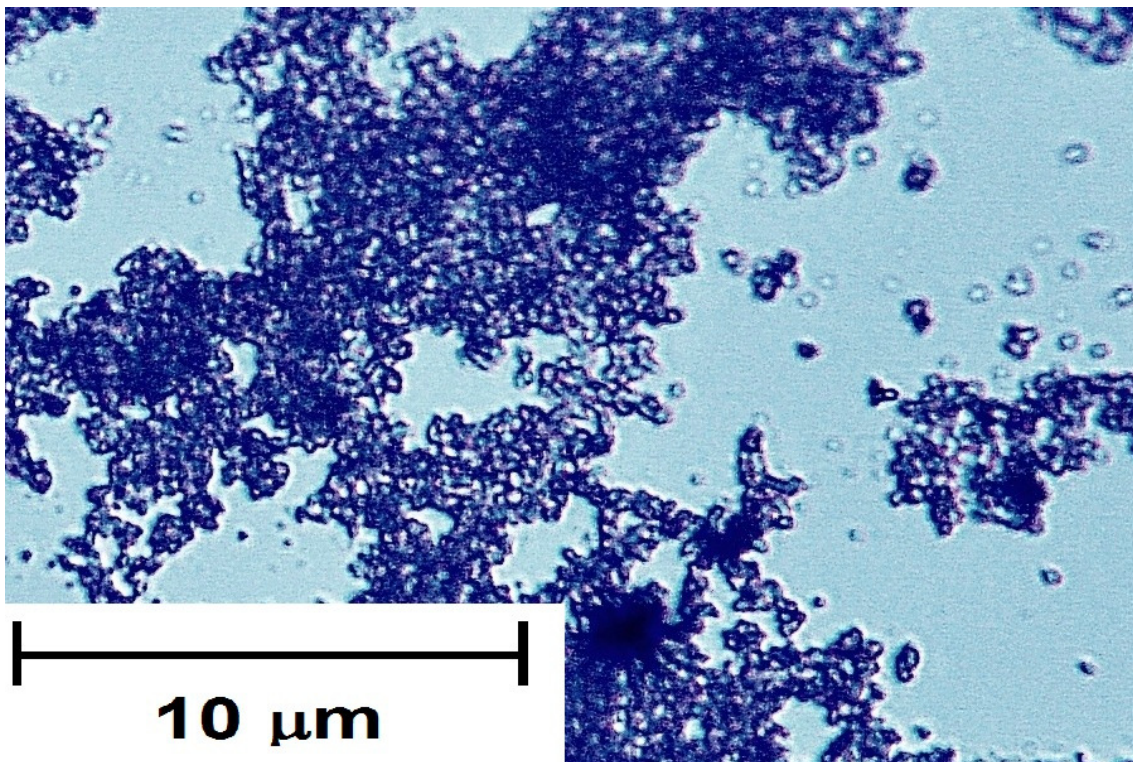
Koostatud aparraadi detailjoonised ning täpsem kirjeldus on esitatud lisa 1. Objektiivina kasutati Nikon CF Plan 100 x suurendusega või (korundi korral) Zeiss Achroplan 10 x suurendusega, okulaariks oli 6 x suurendusega Olympuse toode. Jäädvustamiseks kasutati peegelkaamerat Nikon D90. Vee pihustamiseks kasutati 0,4 mm düüsiga värvipihustit. Mikroskoobi käitamiseks oli mootor Mitsubishi HC-KF13, mida juhiti arvutist Mitsubishi programmiga Melservo. Saadud andmed loeti edasiseks töötlemiseks fotoaparaadi mälukaartilt arvutisse.

Paigalseisvate objektide pildistamine

Koostatud seadme võimaluste selgitamist alustati paigalpäisivate objektide pildistamisega, mis näitab, kas üldse see süsteem on võimeline mikroobjekte jäädvustama. **Joonisel 7** on kujutis 1 μm keskmise osakese suurusega Al_2O_3 poleerimispulbrist. Kui antud pilti suurendada (**joonis 8**), siis mõõdeti mõnede osakeste (paremas ääres, peaaegu läbipaistvad, üksikud) suuruseks täisekraanil keskmiselt 7 mm, mis annab kogu suurenduseks ligikaudu $\frac{7\text{mm}}{1\mu\text{m}} = 7000$ korda. Sellise suurenduse juures on tegelikult lahutusvõime kõvasti langenud ja paremate tulemuste saamiseks tuleks jääda vähemasti paar korda väiksemate suurenduste juurde.



Joonis 7. 1 μm suuruste osakeste Al-oksiidi pulber. Pilti on töödeldud kontrasti suurendamisega, valgus objekti tagant, skaala 10 μm.



Joonis 8. Suurendus eelmise pildi keskosast.

Joonisel 9 on toodud (kerge ja kiire kättesaadavuse tõttu) bioobjektina sääse tiib.



Joonis 9. Osa murdunud sääse tiivast. Valgus objekti pealt, skaala 10 µm. (Kujutis demonstreerib ehitatud seadme lahutust.)

Katsed liikuvate vedelikuosakestega

Katsetatavaks vedelikuks võeti vesi, mida pihustati suruõhuga eelpool nimetatud värvipüstolist rõhu all 1,2 bar. Tekkiv juga oli suunatud objektiivi ringliikumise puutuja suunas. Lisaks oli juga vaja ka tugevasti valgustada, mida tehti joa liikumisega ristsuunas ja otse objektiivile (valgustiga Euromex Illuminator EK-1). Muude nurkade all tehtud valgustamised ei andnud tulemusi (välja tulid ainult mustad pildid). Selle tõenäoline põhjus seisneb osakestelt mikroskoopi peegeldunud nõrgas valgusvoos.

Joonisel 10 on näidatud, kuidas katseseade oli püstitatud. Aken oli algselt mõeldud objektiivi kaitsmiseks piiskade ja muu eest, kuid selle orgaanilisest klaasist kate moonutas pilte tugevasti. Seetõttu kaeti mõõtmistel objektiiv üliõhukese (mõni mikron) polüetüleenkilega, mis välistas objektiivi saastumise ning läbi akna mõõtmised jäeti kõrvale. Mõõtmisteks

lülitati fotoaparaat sisse, pandi mikroskoop pöörlema ja stabiilse kiiruse saavutamisel pihustati vett.



Korundi puistamise toru

Joonis 10. Katsetamise konstruktsioon vee või korundi jaoks. Olenevalt vahendist, mis kinnitati statiivi külge, sai pihustada kas vett või puistata korundi.

Kasulikku infot saab süsteem anda vaid siis, kui piisad on objektiivi fookuskauguses. Kui vaadata **joonisele 10**, siis on selge, et mikroskoobi pöörlemise ajal on seda osa väga vähe. Seda näitas ka filmimine, kus nt umbes 12 min pikkusest lõigust kasutatav osa oli vähem kui 10 s. Kui kasutada pildistamist, siis saadakse ühe pöörde kohta üks pilt, kuid see ei taga koheselt kasuliku info olemasolu piltidel. Ükski osake ei pruugi jäädvustamiseks olla sobival hetkel sobivas kohas. (Pildistamise kohta vt. ka **Lisa 1 joonis 2.**)

Osakeste liikumiskiiruse teadasaamiseks tehti katsed **joonisel 11** toodud skeemi järgi.

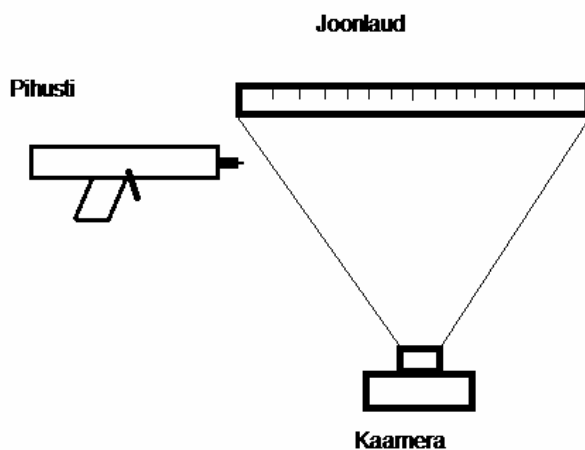
Katse ise oli lihtsa püstitusega – kaameraga filmiti vee pihustamist ning hiljem filmilt määrati ajaliselt erinevates kaadrites nähtud udupilve edasi liikumine joonlaua ees. Saadud pikkuse ja

aja jagatis oligi hinnanguks liikumiskiirusele. Tulemuseks saadi $\frac{30\text{cm}}{0,04\text{s}} = 750\text{cm/s}$.

Mikroskoobi pöörlemise joonkiirus tuli sobitada saadud tulemusega. Kui see kiirus arvutada ümber pöorete arvuks minutis, kus $60\text{rpm} = 1\text{rps} = 0,59\pi\text{m}$ ehk π korrutada mikroskoobi kahe kordse ulatusega, pöörlemisteljelt võetuna, siis on tulemus

$$\frac{60 \cdot 7,5\text{m/s}}{0,59\pi\text{m}} = 243\text{rpm}$$

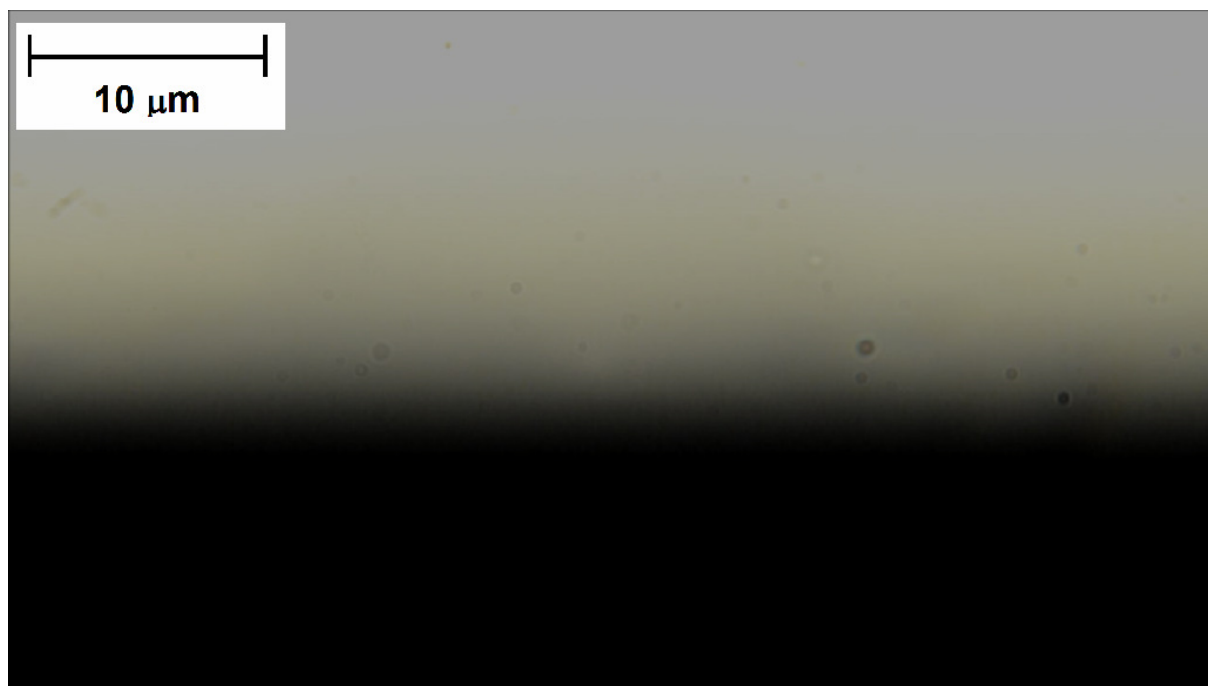
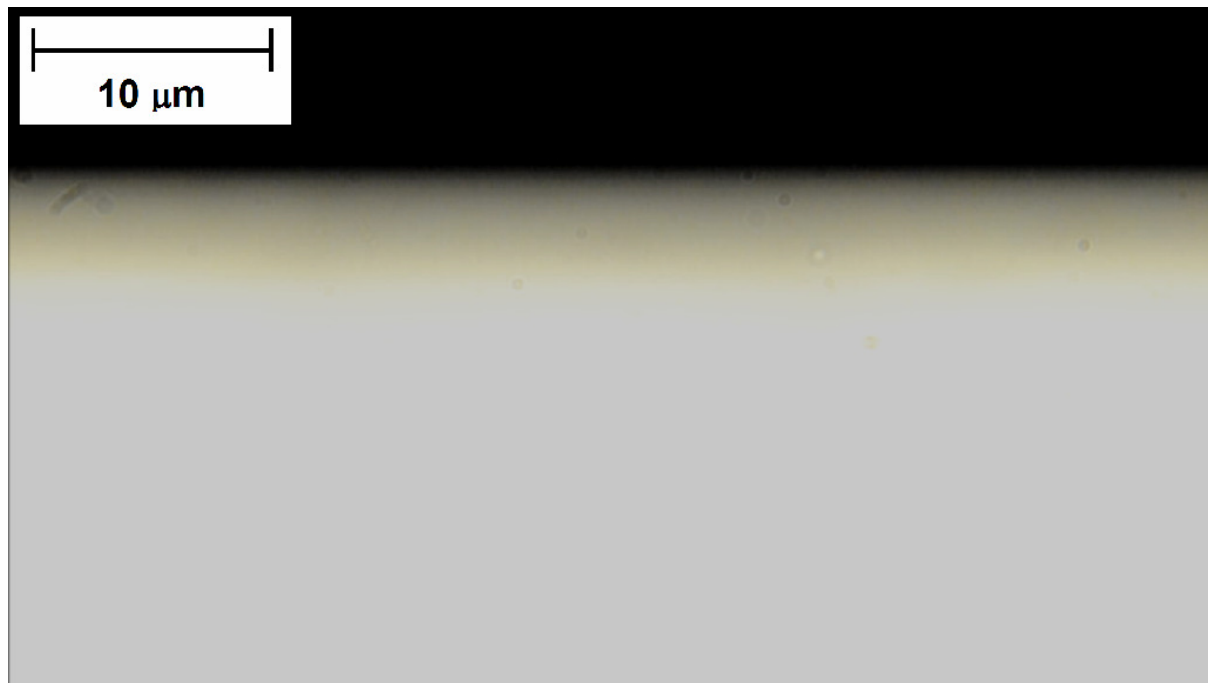
(Pöorete arv minutis on vajalik mootori kontrolleri juhtimiseks. Lisades pöörlemiskiirusele 1 rpm suureneb joonkiirus 0,035 m/s.) Kiirust muudeti pöorete arvu intervalliga 2 rpm ning mõõtmised tehti leitud kiirusega lähedaste kiiruste piirkonnas.



Joonis 11. Joakiiruse määramise skeem.

Katsetel kasutati **joonisel 10** toodud ülesehitust. Prooviti ka läbi akna pildistamist-filmimist, kuid see ei andnud paremaid tulemusi. Objektiivi kaitseks piiskade jms. eest kaeti see õhukese polüetüleenkilega. Katsetamisel selgus, et alates kiirusest umbes 200 rpm muutus vibratsioon süsteemis väga suureks, mis välistas edasised mõõtmised ohutuse kaalutlustel 240 rpm piirkonnas. Seetõttu tehti katseid madalama pöörlemiskiiruse juures (180, 120 ja 60 rpm).

Vibratsiooni olemasolu ja tõsidust näitab **joonis 12**, kus on selgelt näha, et valgus, mis muidu oli paigalseisva kaamera korral otse objektiivi peale ja valgustas kogu sensorit, siis pöörlemisel kogu ala enam valgustatud ei olnud.



Joonis 12. Vibratsioonist tingitud vaatevälja kadumine. Kogu vaatevälja valgustatuse korral peaks kogu pilt olema hele.

Joonisel 13 on toodud tüüpiline saadud kujutis. Tumedamad täpid on väga tõenäoliselt

mustus, mis hiljem okulaari eest tabati; sama muster kordub fotolt fotole ja on käsitletav süstemaatilise veana. Veel madalamate pöörete juures (nt 60 ja 120 rpm) polnud mingeid erisusi näha, kõik tulemused olid joonisel tooduga sarnased. Vahe oli küll valgustamissuunal – pildistada või filmida sai ainult siis, kui valgus oli otse mikroskoopi suunatud. Muude nurkade all langenud valguses polnud midagi näha.



Joonis 13. Tüüpiline pilt pihustatud vee joast. Pöörlemiskiirus 180 rpm, pihusti düüs 0,4 mm, suruõhk 1,2 bar, objektiiv 100 x, okulaar 6 x, skaala 10 μm .

Katsed tahkete osakestega

Tahkete osakestega läbi viidud eksperimendis kasutati tahkisena korundist lihvimispulbrit keskmise tera suurusega 200 μm . Katseseadmestik oli põhimõtteliselt sama, mis vedeliku puhul, kuid suruõhupihusti asendati toruga, millesse lasti ühest otsast suruõhku, mille joa ette puistati ava kaudu pulber. (Vt ka **joonis 14**.) Nii saadi liivapritsi laadne vahend. Kuna pulbri osakesed olid (100 x objektiivi korral) kogu ulatuses kaadrisse mahtumiseks liiga suured (katsid terve sensori), siis oli vaja vähendada mikroskoobi suurendust. Selleks vahetati 100 x

suurendusega Nikon CF Plan objektiiiv 10 x suurendusega Zeiss Achroplan objektiiivi vastu. Okulaar jäi samaks.

Korundi joa kiiruse esialgseks hindamiseks sooritati samasugune katse nagu vee puhul. Filmiti joa liikumist ja mõõdeti läbitud vahemaa, mille filmikaadritelt leitud ajaga läbi

jagamisel saadi osakeste kiiruseks $0,33m / 0,033s = 1m / s$. Sellele vastab pöörete arv 32 rpm.

Mõõtmistel kasutati kiirusi vastavalt eelnevale arvutusele piirkonnas 32 \pm 8 rpm (intervall 2

rpm).

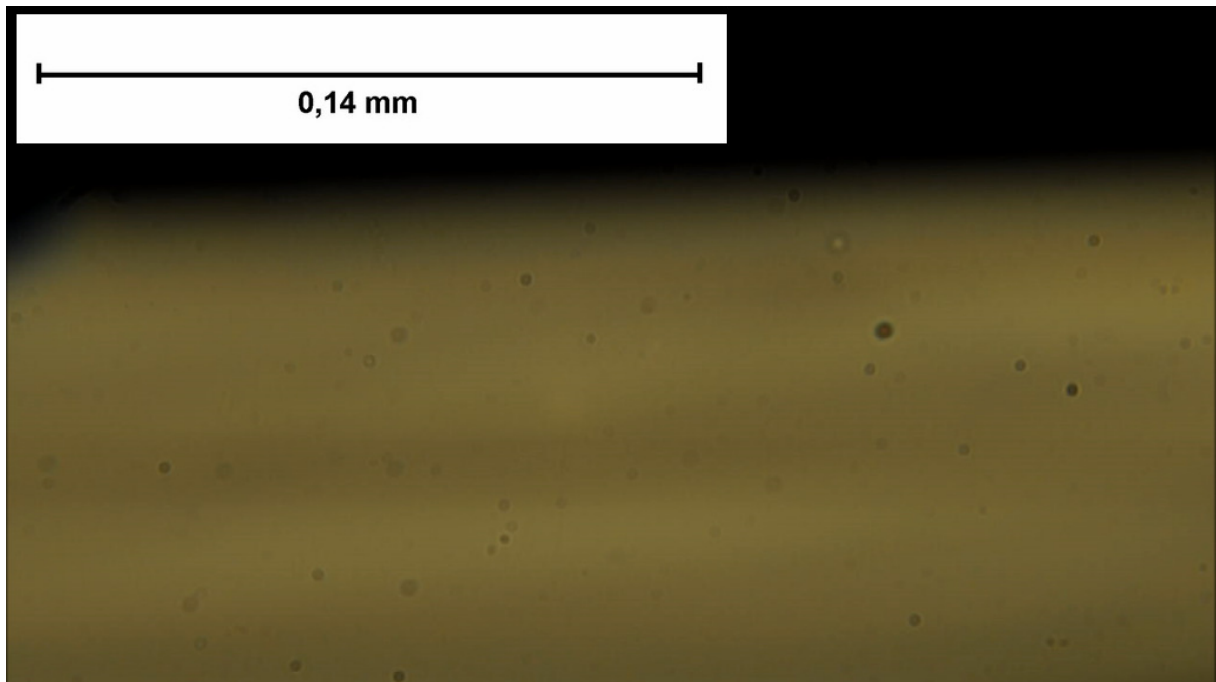


Laadimisava

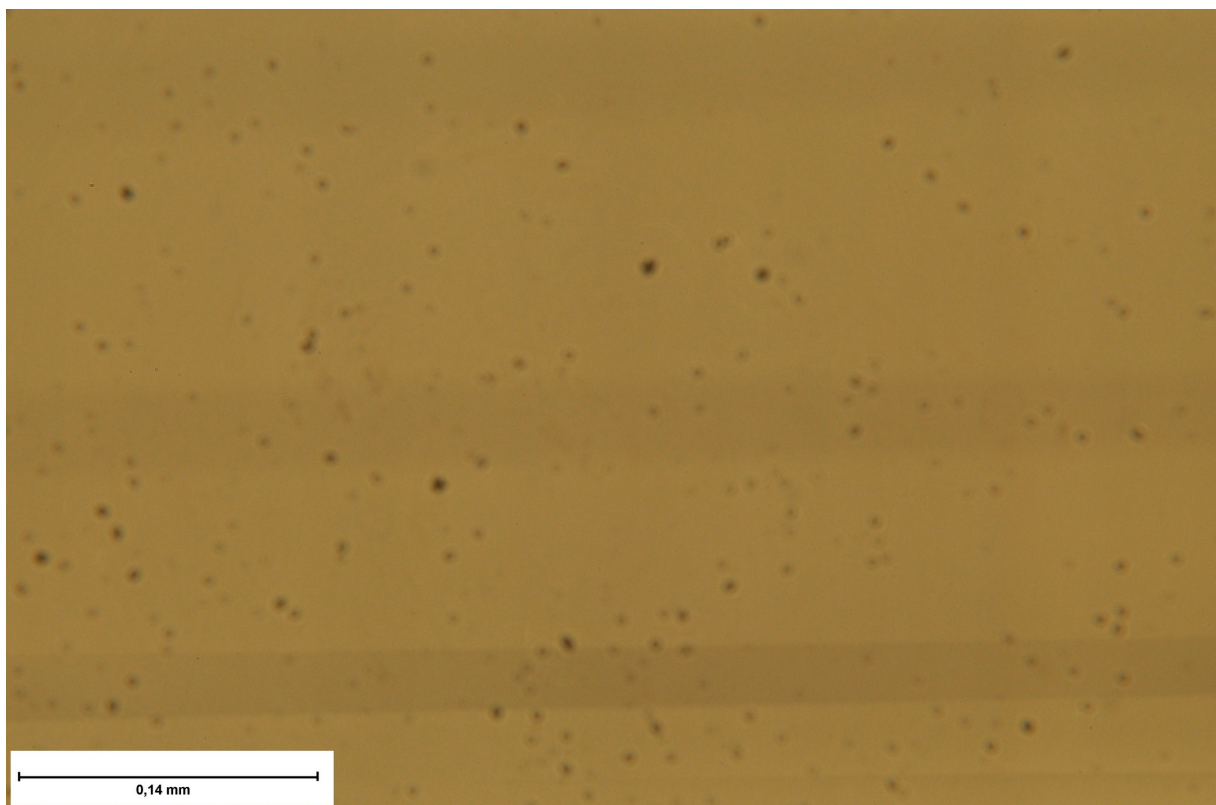
Joonis 14. Korundi „pihustamiseks“ toru ja selle laadimisava.

Mikroskoobi ja osakestejoa liikumiskiiruste lähendamisele vaatamata ei õnnestunud 200 μ m läbimõõduga korundiosakestest selgelt fokuseeritud fotosid saada (vt **joonis 15**). Lisavõimalusena prooviti filmimist/pildistamist paigal seisva kaameraga, kuid parimal juhul on näha vaid tumedaid jooni (vt **joonised 16** ja **17**), mis viitab fokaaltasandis mitte paiknevatele ja kiirelt kaamera eest läbi lendavatele osakestele. Selliseid jooni ei esine kõigil

piltidel, vaid mõnedel, kusjuures seaduspäratult. Niisiis võib väita, et seesuguse katseskeemi korral on andmete kogumise efektiivsus madal.

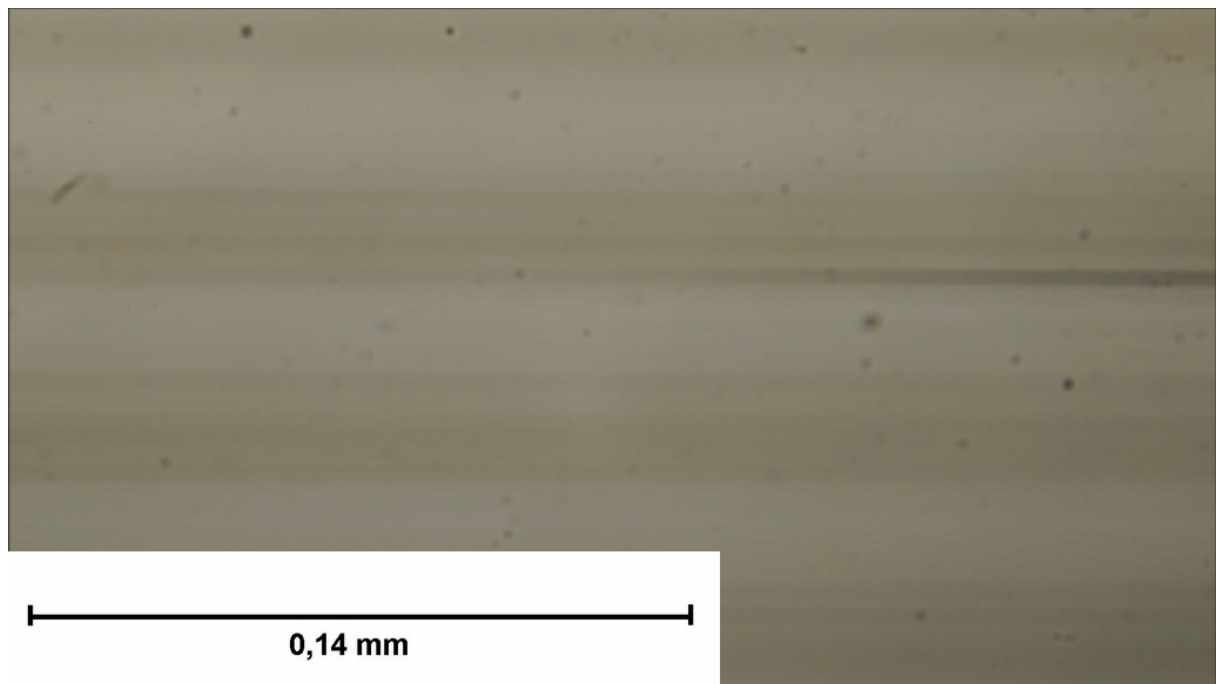


Joonis 15. Kujutisel peaks olema 200 μ m suurused korunditerakesed, mille kiirus on 1 m/s.



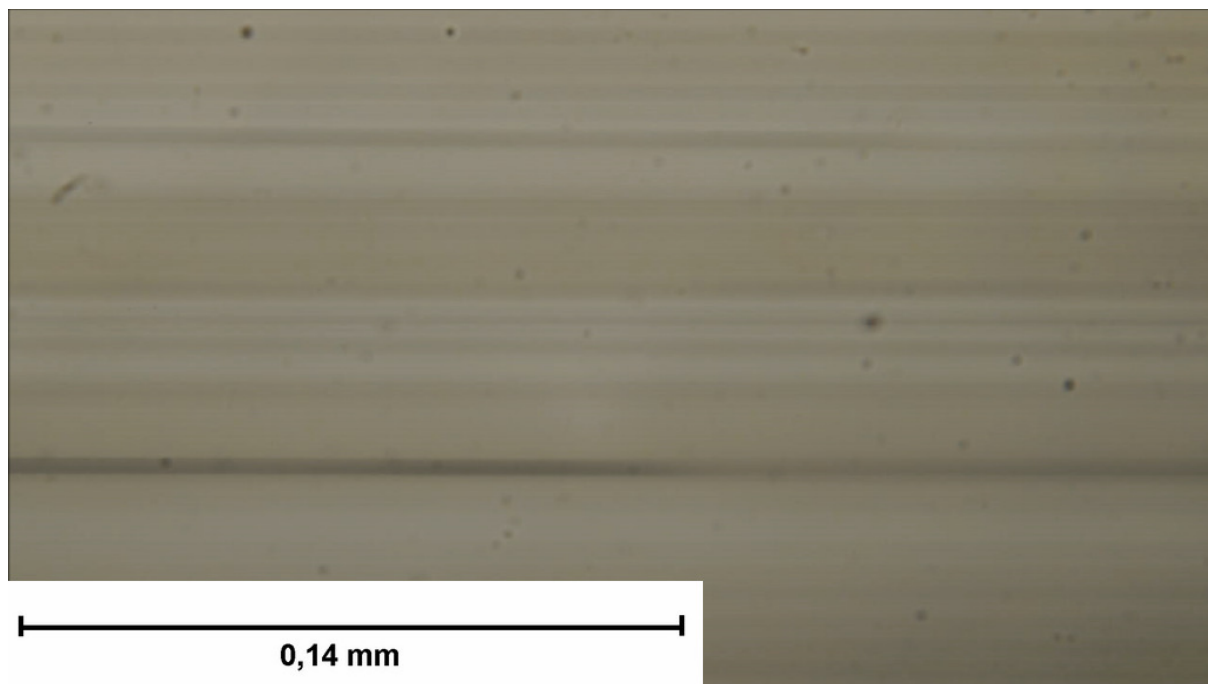
Joonis 16. Jooned paigal kaameraga pulbri osakeste liikumist pildistades. Skaala 0,14 mm.

Joonisel 16 on märgata ka, et paremas pildi servas on keskel horisontaalne joon kontrastsemalt näha ning vasakus servas kaob. See võib tähendada osakese liikumist fokaaltasandist eemale (vt. ka **joonis 5**). Allpool on veel esitatud fotosid tehtud filmimisest (**joonised 17 ja 18**). Siin võiks küll vaadelda tumedate joonte laiust funktsioonina osakeste laiusest, kuid kuna tegelikult pole ikkagi täpselt näha, millega tegu (kas osakese külg või ainult ots), siis ei saa kindlat seost luua. (Meeldetuletuseks – tumedad täpid pildil on mustus okulaaril.)



Joonis 17. Paigal seisva kaameraga saadud filmikaader korundiosakestest.

Ühe hüpoteesina võib oletada, et fotodel nähtava tumedate joonte laius on kirjeldatav funktsioonina osakeste läbimõõdust, mis on meid huvitav suurus, kuid tõenäoliselt on pildid ka selleks liialt ebaselged. Esiteks ei ole võimalik määrata, kas tumeda jälje on jätanud osake tervikuna või vaid osa sellest ning teiseks pole tuvastatav, milline on jälje jätanud osakese geomeetria.



Joonis 18. Lisanäited joonis 14 juurde. Võetud filmimise andmetest.

Kuna eksperimendi andmete kogumise kasutegur ja saadud info kvaliteet ei ole piisav edasiseks põhjalikemaks järelduste tegemiseks, peatati antud süsteemiga katsete läbiviimine probleemsete asjaolude parendamiseni. (Vt. ka „Ettepanekud edasiseks seadme täiustamiseks“.)

Ettepanekud seadme edasiseks täiustamiseks

Suure suurenduse korral on vibratsioon ilmselt kõige määravam kujutise hägustav tegur.

Ilmselt saaks seadmest tulenevat vibratsiooni (suur ebastabiilsus alates 200 pöördest minutis) vähendada järgmiste meetmete kasutuselevõtuga:

- kasutada kuullaagrite asemel plastmassist liuglaagreid, mille korral on liikumine sujuvam
- mikroskoobi objektiivi-poolne ots panna libisema teflonist rõngale, mis vähendaks üles-alla liikumise vibratsiooni

- mikroskoobi täpsema tasakaalustamise mehhanismi lisamine, (raskuskeskme viimine pöödteljele), mis vähendaks ekstsentrilisusest tingitud vibratsiooni
- olemasoleva mootori asendamine madalam müratasemega mudeliga

Järeldused

Pilootprojektina tehtud töös täideti eesmärkidenä katsetamiseks vajaliku seadme koostamine ning sellega töötamise võimaluste välja selgitamine. Saadud tulemused on kasulikud edasiseks arendustegevuseks.

Paigalseisvatest objektidest saab antud seadmega kõrglahutusega (lahutusvõime kuni 12,3 Mpx) pilte.

Seadmes tekkinud vibratsiooni tõttu polnud võimalik teha liikuvate vedelikupiiskade jäädvustamise katseid arvutuslikult leitud sobivas kiiruspiirkonnas. Liigse vibratsiooniga pole võimalik jäädvustada mikroskaalas objekte, sest süsteemi pole võimalik stabiliseerida vaatlemiseks piisava täpsusega.

Pöörleva mikroskoobiga ei õnnestunud saada pilte tahketest osakekestest. Tõenäoliselt sarnasel põhjusel (vibratsioon) nagu vee pihustamisel.

Selgitati välja mõõtmisteks sobivad valgustustingimused.

Paremate tulemuste saamiseks peab seadme konstruktsiooni muutma; selleks esitati ka vastavad ettepanekud.

Kokkuvõte

Antud töö raames uuriti liikuvate mikroosakeste (nii tahkete kui ka vedelate) jälgimise ja pildistamise võimalusi omavalmistatud pöörleva (või ka paigal seisva) digitaalse mikroskoobiga. Selgitati välja koostatud süsteemi töötingimused ning püüti mõõta vedeliku ja tahkete osakeste suurust ning jaotust. Eesmärgi saavutamine jäi planeerimatute asjaolude tõttu pooleli, mistõttu ei õnnestunud seda täita planeeritud ulatuses. Süsteemi täiustamisel oleks soovitud tulemi saamine kavandatud uudsel viisil arvatavasti võimalik.

Seadme töötingimustest tasub eraldi äramärkimist maksimaalne pöörlemiskiirus 180 rpm, mille juures mõõtmisi tehti. Muud (keskkonna-) tingimused olid tavalised ruumitingimused.

Vajalikuks oleks osutunud kiirus 243 rpm, kuid juba 200 rpm juures muutus süsteem tugevalt ebastabiilseks ja ohutuse kaalutlustel piirduti maksimaalsete pöörete arvuga 180 rpm.

Loodud optilise süsteemi kvaliteeti näitab asjaolu, et statsionaarse mikroskoobiga jäädvustati 1 μm suuruseid tahkeid osakesi. Liikuvaid osakesi jäädvustada ei õnnestunud. Vastavalt tulemustele tehti lõpuosas ka ettepanekud, kuidas tekkinud olukorda parendada.

Summary

“The Pilot Project for Visualizing Size and Shape of Fast Moving Microparticles”

Current research has been focused on moving solid or liquid microparticle observation and imaging using a rotating (and/or stationary) digital microscope developed by researchers. Constructed device was used to measure moving liquid or solid particle size and shape. Objectives were not well accomplished due to unplanned matters; therefore planned research was not fully completed. New planned system improvements would possibly meet required specifications.

Some key working conditions (rotational speed, illumination) were learned for developed system. Maximum speed of 180 rpm was used during measuring liquid droplets. Other (for instance environmental) conditions were regular room conditions.

Rotational speed of 243 rpm was required, but at 200 rpm heavy vibrations arose and for safety reasons maximum speed of 180 rpm was used to measure droplets. Rotational speed around 32 rpm was used to measure solid particle

The quality of present optical system was demonstrated by images of stationary solid particles with average measure of 1 μm . Imaging of moving particles was unfortunately unsuccessful. Some improvement prepositions were made at the end of the current work.

Lisa 1.

Pöörleva digimikroskoobi tehniline kirjeldus

Üldine informatsioon

Vajalikud detailid on valmistatud (individuaaltootmisena) duralumiiniumist (D16T vene või 2024 lääne tähistuse järgi).

Kasutatav seade pildistamiseks on kommertsiaalselt valmistatud peegelkaamera Nikon D90. Selle resolutsioon on 12,3 megapikselt, võimaldab pildistada kuni 4,5 kaadrit sekundis, säriaeg on minimaalselt 1/4000 sekundit.

Detailid

TJ-01 - mikroskoobi tuubus

TJ-02 – okulaarihoidja

TJ-03 - objektiivihoidja (OB hoidja)

TJ-04 - kinnitus fotoaparaadile

TJ-05 – fotoaparaadi fiksaator. Takistab kaamera pöörlemist, kui see peaks tekkima

TJ-06 – okulaari liigutamise polt/fiksaator

TJ-07 – tuubuse kiinitus pöörlevale völli

TJ-08 – mootori ja ülekande kinnitusplaat, alusplaadi peal

TJ-09 – ülemise laagri kinnitusplaat, TJ-08 vastusplaat alusplaadi all

TJ-10 – liugelaagri rumm

TJ-11 – liugelaager

TJ-12 – laagrite vahetükk

TJ-13 – mootori kinnitus, vahetükk mootorile ja alumisele laagrile, kahvikamber

TJ-14 – ülekande kahvli kinnitus mootori võllile

TJ-15 – pöörlev võll

TJ-16 – kahvli vahetükk

TJ-17 – „murduv varras“ kinnituv pool, tõukur varda küljes jäigalt

TJ-18 – „murduv varras“ liikuv pool, vedruga tagasi tõmmatav, tuubuse poolt
„murtav“

TJ-19 – tõukurvarras

TJ-20 – korpuse jalg

TJ-21 – kambri sein

TJ-22 – kojamees

TJ-24 – alusplaat

Pöördmikroskoobi kirjeldus ja tööpõhimõte

Digitaalse mikroskoobi osa moodustavad tuubus TJ-01), okulaarihoidja TJ-02, objektiivi hoidja TJ-03, kinnitus fotoaparaadile TJ-04 ja digitaalkaamera. Fiksaatori TJ-05 võib küll paigaldada (ühtpidi fotoaparaadi põhja ja teistpidi tuubuse külge), kuid see on pigem ohutusabinõu, kui kindlasti vajalik detail (katsetamisel ei kasutatud).

Tuubusesse paigutatakse okulaarihoidja TJ-02, mille saab fikseerida tuubuse seinast läbi ulatuva poldiga TJ-06. Okulaarihoidjaga on võimalik tuubuses okulaari viia lähemale või kaugemale objektiivist (katsetamisel ei kasutatud rohkem kui mõju välja selgitamiseks vajalik oli), mis mõjutab suurendust, kuid kasutatud 6 x suurendusega okulaari korral polnud see mõju väga märgatav ning hoidja fikseeriti tuubuses keskmises asendis (vt ka **Lisa 1, joonis 1**).

Optika osa pöörlema panemiseks kasutati Mitsubishi HC-KF13 100 W-st servomootorit, mida juhiti arvutist. Mootor kinnitus detaili TJ-13 külge, mis omakorda oli ühendatud laagrite vahetükiga TJ-12 ning kogu see osa omakorda plaatide TJ-08 ja TJ-09 abil alusplaadile TJ-24. (Laagriteks kasutati kuullaagreid mõõduga 16*22*10 mm.)

Jõuülekanne koostati järgnevalt. Mootorivõlli otsa tehti kinnitus TJ-14, mis sobitus kahvli vahetükiga TJ-16 ning vahetüki teine pool sobitus võlliga TJ-15. Võlli alusplaadi pealne ehk kambri sisene ots tehti sobituvaks mutrivõtmega nr 14. See võimaldab, fikseerides võlli, optika osa eemaldamist ülejäänud süsteemist. Kambri sees kinnitati tuubus detaili TJ-07 abil, mida sai külgsuundadest fikseerida poltidega.



Lisa 1. Joonis 1. Mikroskoobi detailid.



Distantlüliti

Keel

Kaamera

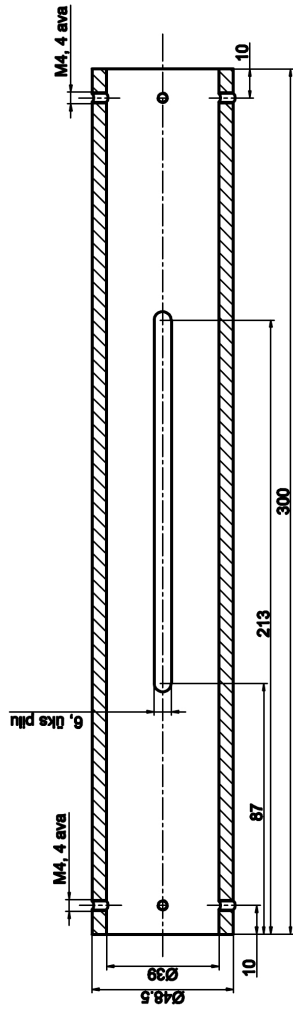
Lisa 1. Joonis 2. Pildistamiseks kasutatud vahendid. Distantlüliti kinnitati kaamera alla ning keele kõrgus ja asetus seadistati lülitamiseks sobivasse positsiooni. Positsioon valiti nii, et pildistamise hetkel oleks mikroskoop suunatud pihustatud joaga risti.

Plaadi TJ-09 külge sai kinnitada ka liugelaagri rummu TJ-10, mille ümber käib liugelaager TJ-11 ise. Liugelaagri külge kinnitub tõukurvarras TJ-19, mille otsa saab paigaldada kojamehe TJ-22. Tõukuri TJ-19 külge käib ka kahest detailist TJ-17 ja TJ-18 koosnev vedruga ennistatav murduv varras (ulatub tõukurist läbi alusplaadi tuubuseni). Viimase eesmärk oleks kanda üle tuubuse pöörlemine tõukur vardale ja sellega ka kojamehele, mis liigub kambriseinas TJ-21 oleva akna eest ära kuni piirava takistuseni (piirajaks kasutati kruvisid). Sama liigutus võimaldab pühkida aknale sattunud mustust, mis võib pildistamist-filmimist segada (sellest ka detaili nimetus – kojamees).

Joonised

Järgnevad seadme detailide joonised.

Rz ²⁰ ▽



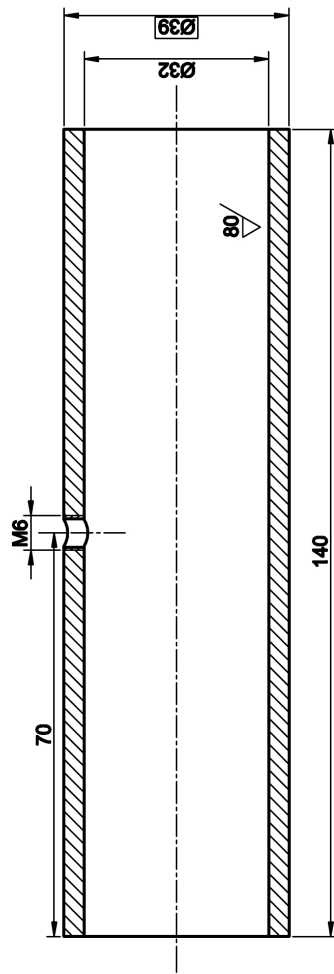
Name TJ-01

Scale 1:2

D16T

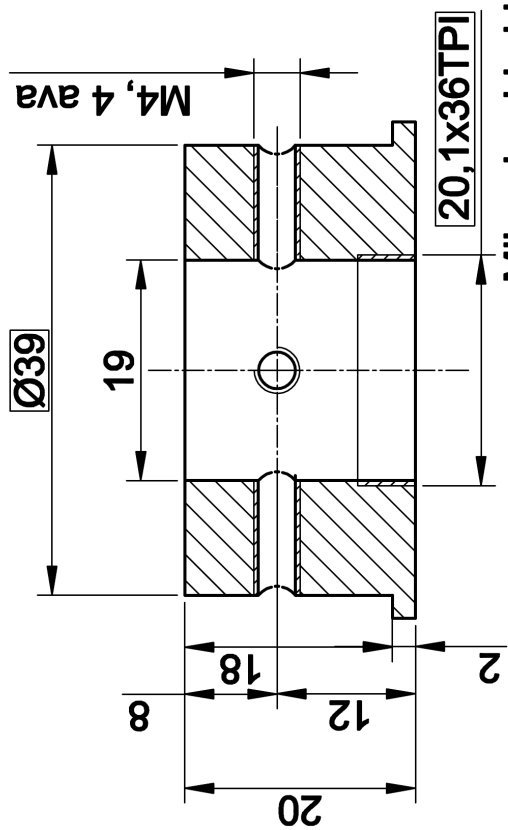
1 tk

Rz $\sqrt{\text{V}}$ (V)



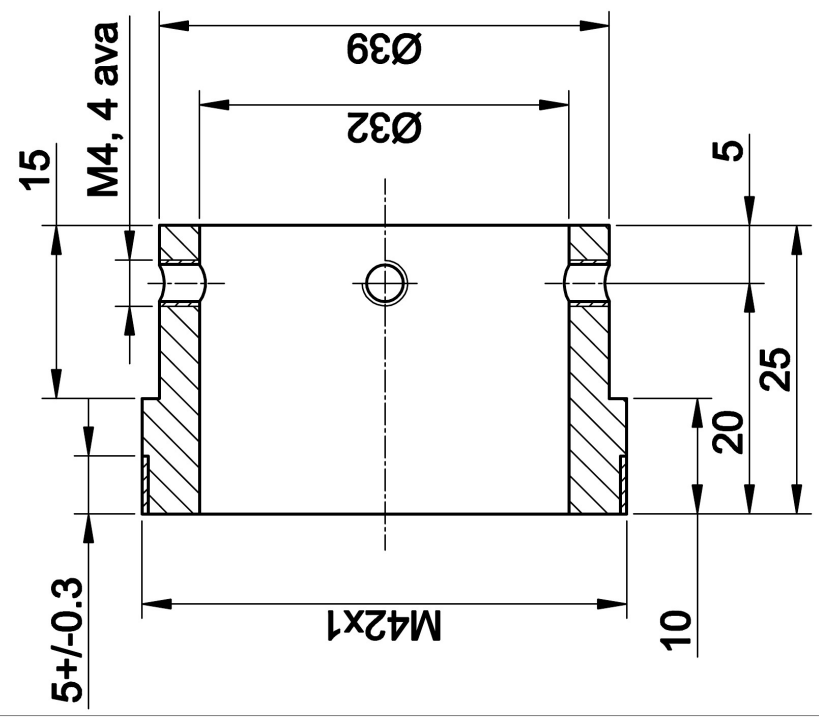
Name TJ-02	Scale 1:1
D16T	
1 tk	

Rz ²⁰ ▽



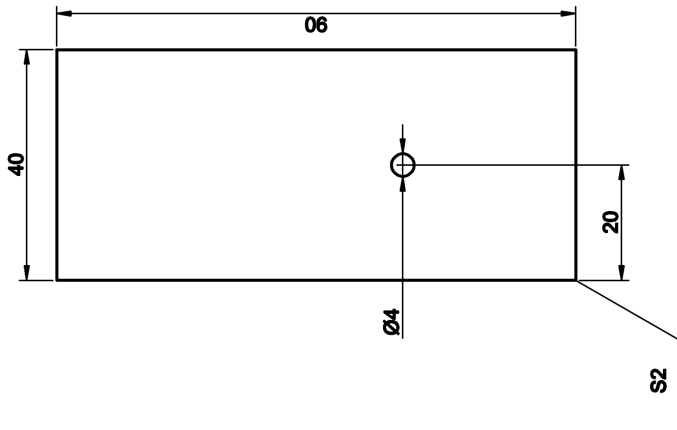
Name	TJ-03	Scale	2:1
	D16T		
	1 tk		

Rz ²⁰



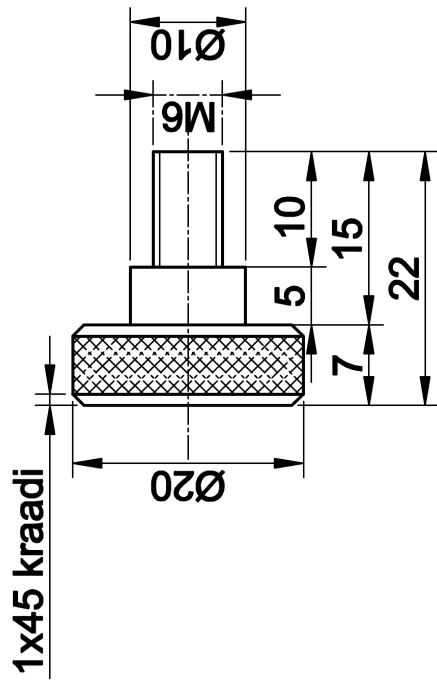
Name	TJ-04	Scale	2:1
D16T			
1 tk			

Rz ✓



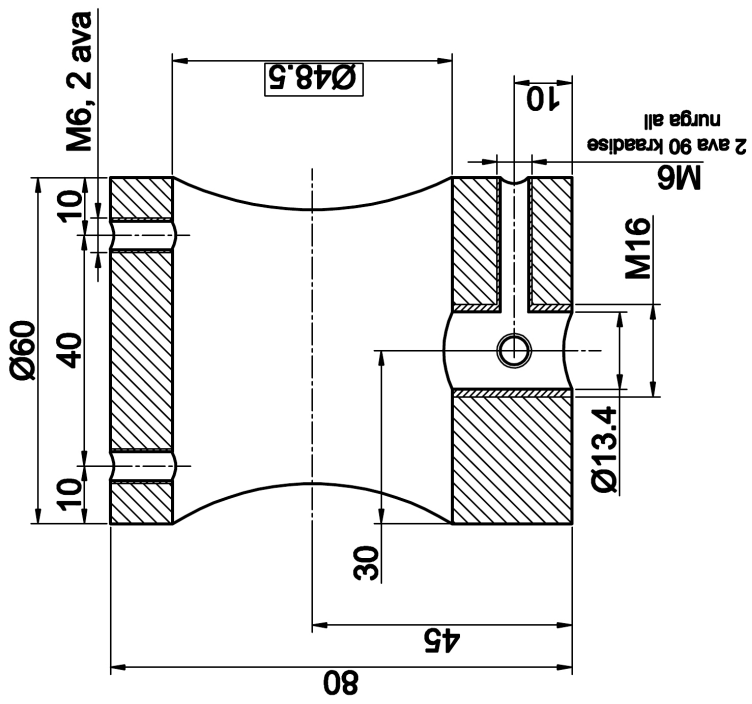
Name	TJ-05	Scale	1
D16T			
1 tk			

RZ $\sqrt{20}$

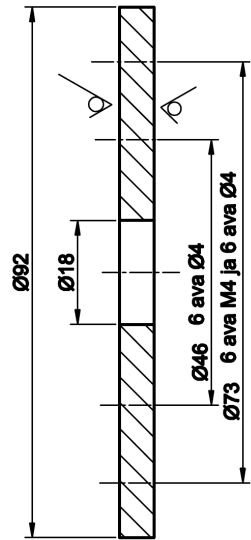


Name TJ-06	Scale 2:1
D16T	
1 tk	

RZ $\sqrt{\text{V}}$

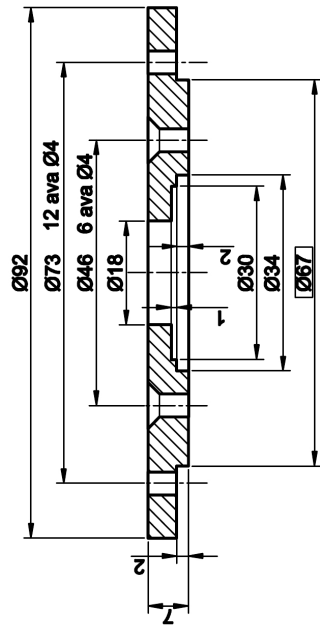


Name	TJ-07	Scale	1:
	D16T		
	1 tk		



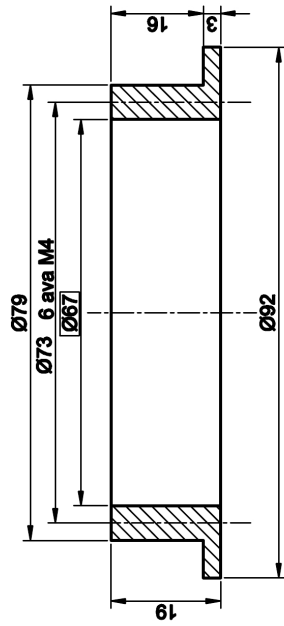
Name TJ-08	Scale 1:1
D16T	
1 tk	

Rz ²⁰ 



Name TJ-09	Scale 1:1
D16T	
1 tk	

RZ ²⁰ 




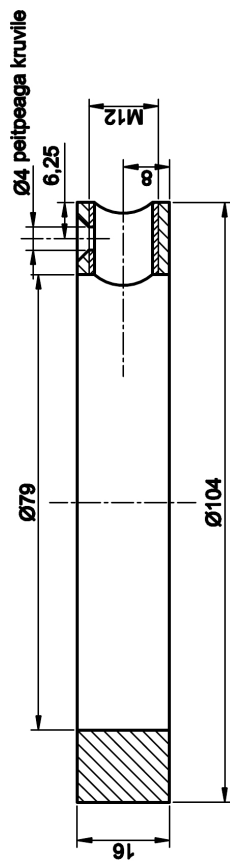
Name TJ-10

Scale 1:1

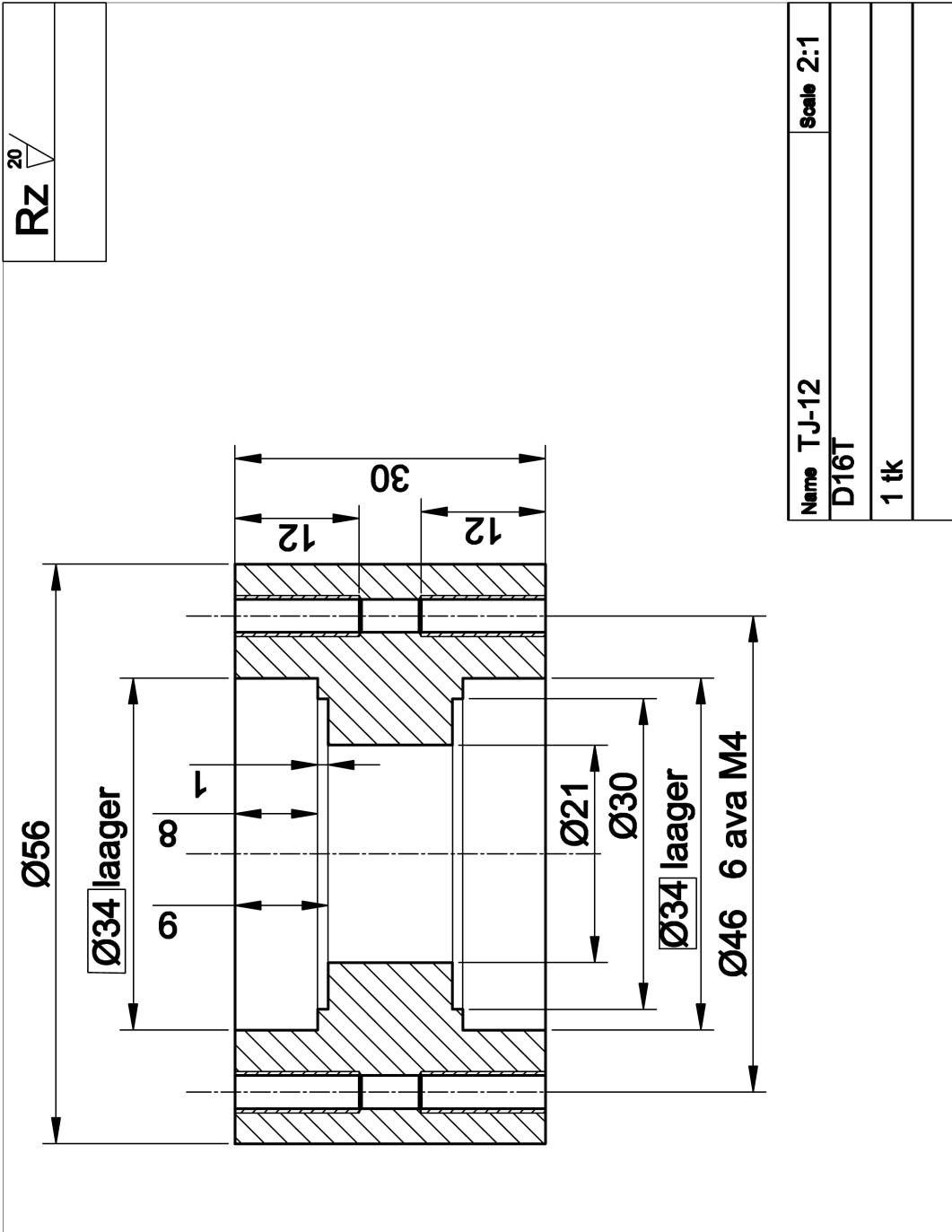
D16T

1 tk

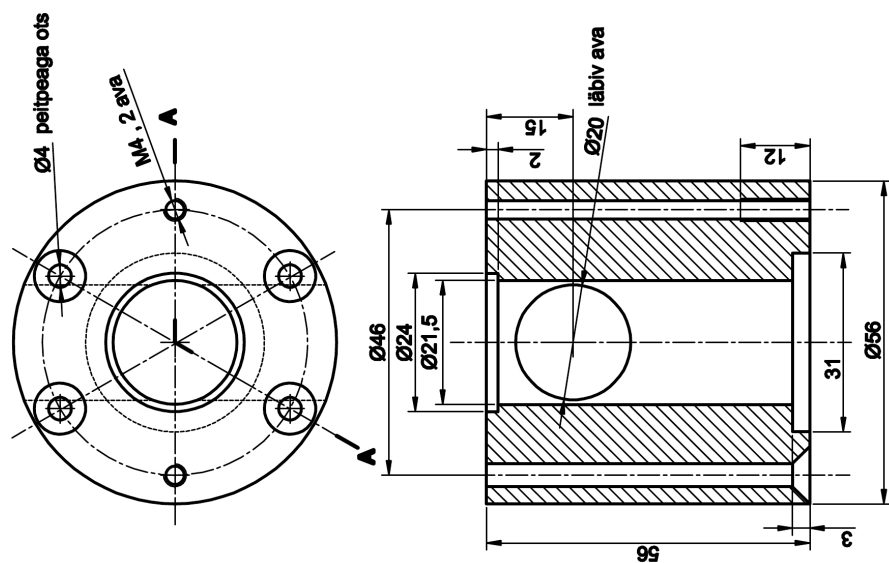




Name TJ-11	Scale 1:1
D16T	
1 tk	

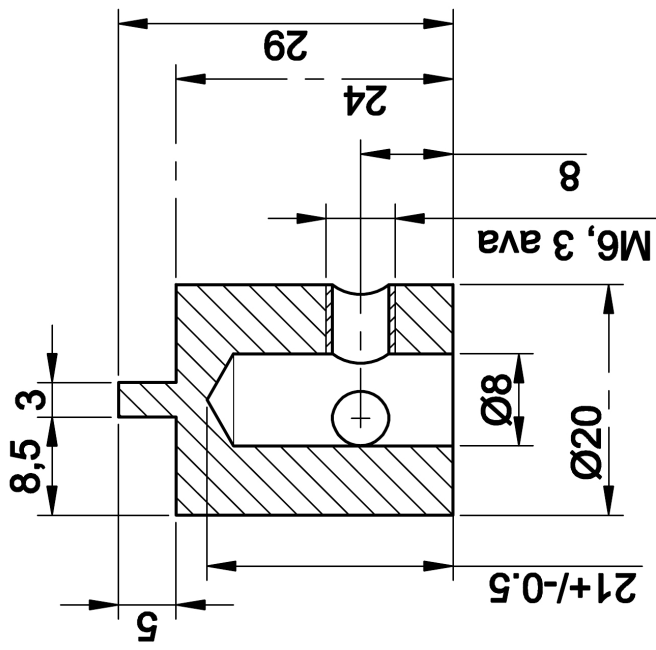


RZ $\sqrt{20}$



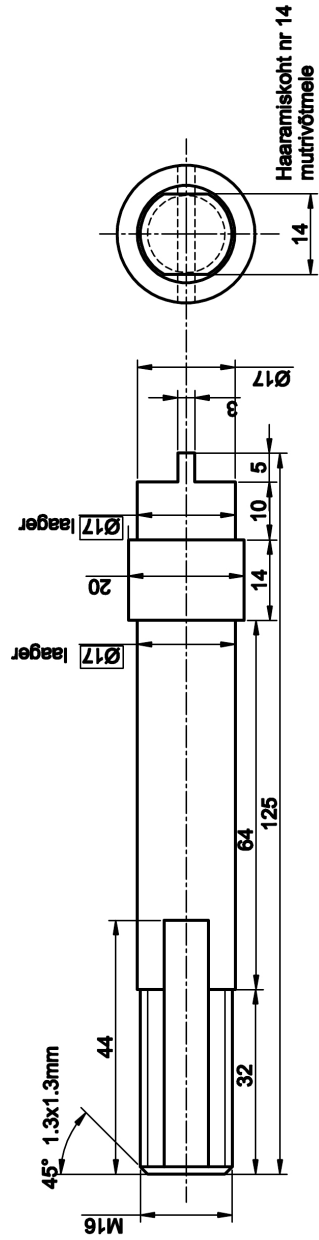
Name TJ-13	Scale 1:1
D16T	
1 tk	

RZ $\sqrt{20}$



Name TJ-14	Scale 2:1
D16T	
1 tk	

Rz ²⁰ /

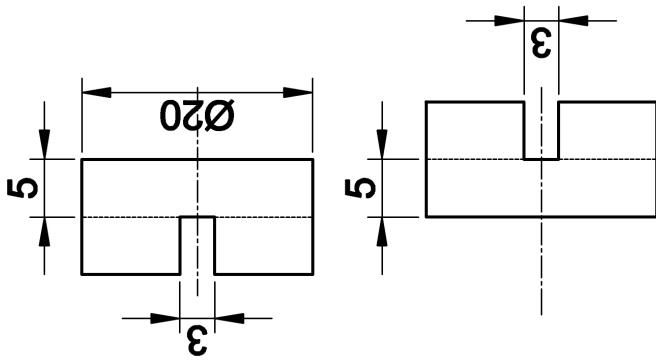


Name TJ-15 Scale 1:1

D16T

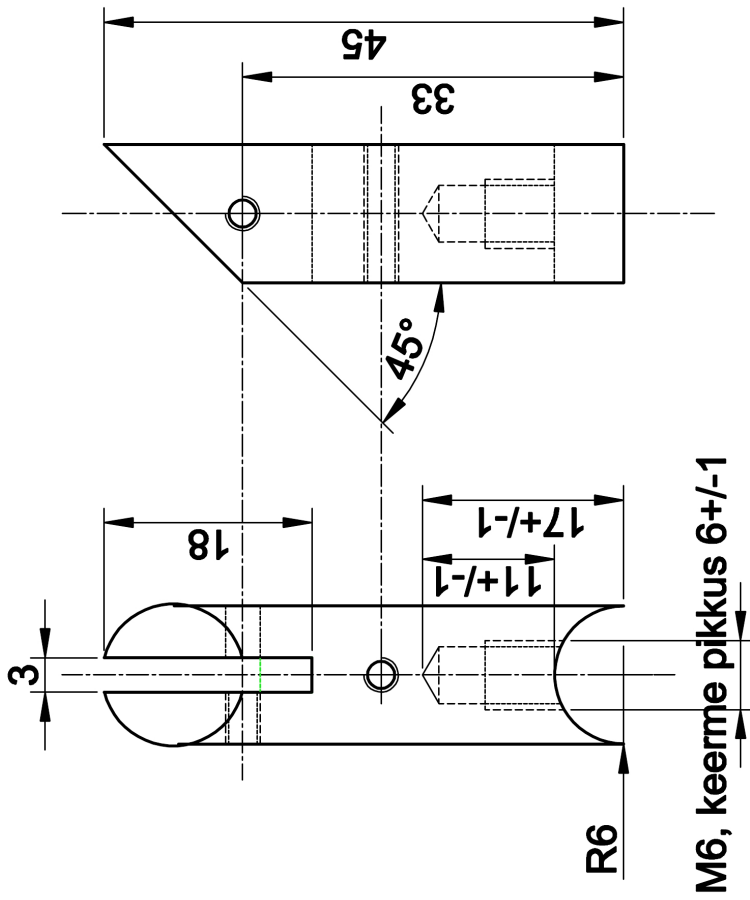
1 tk

RZ $\sqrt{20}$



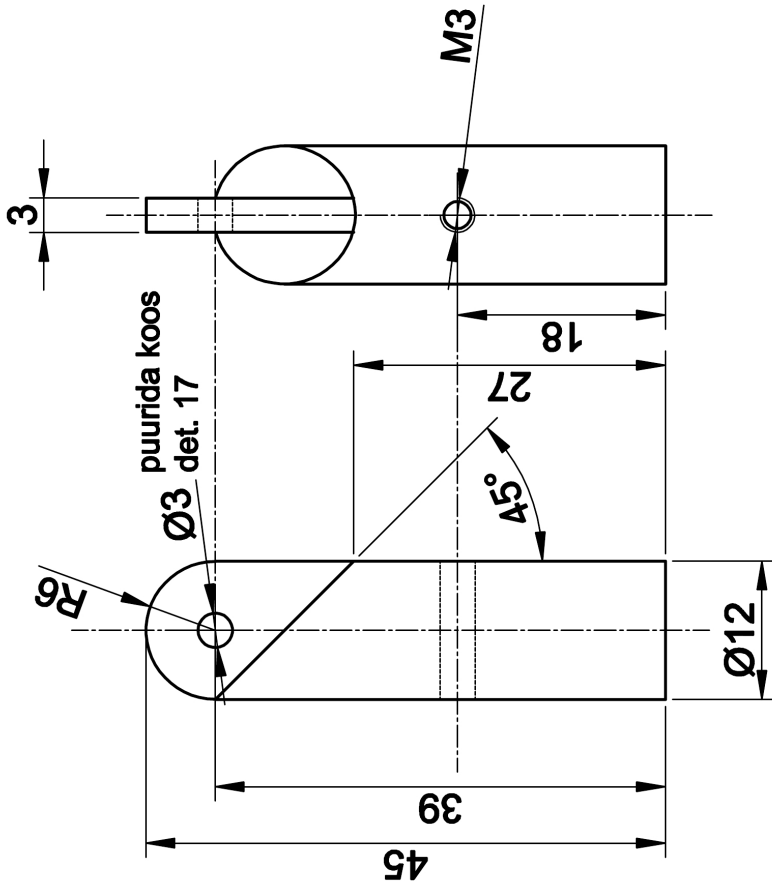
Name TJ-16	Scale 1:1
D16T	
1 tk	

RZ $\sqrt{20}$




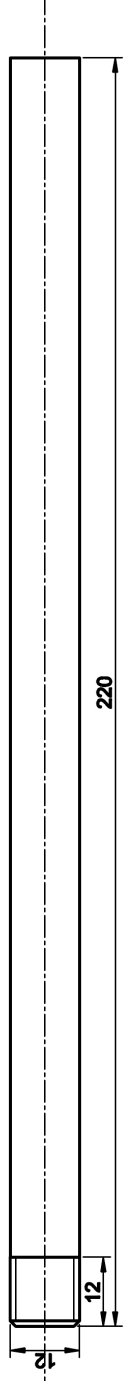
Name TJ-17	Scale 2:1
D16T	
1 tk	

RZ $\sqrt[20]{}$




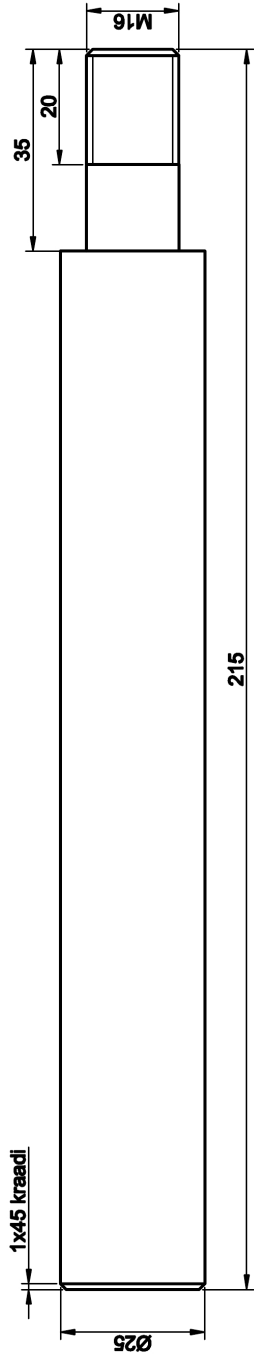
Name TJ-18	Scale 2:1
D16T	
1 tk	

RZ ²⁰ 



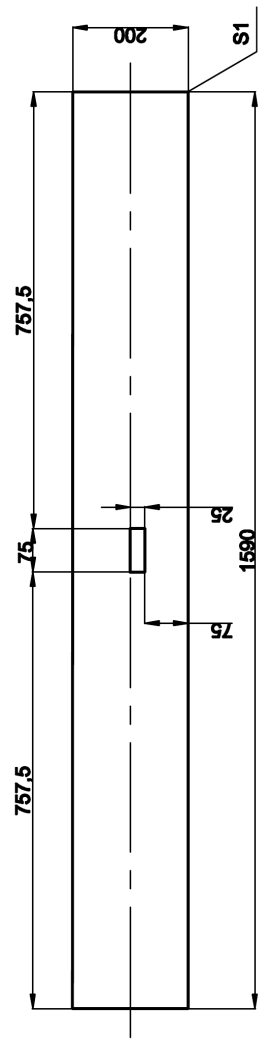
Name TJ-19	Scale 1:1
D16T	
1 tk	





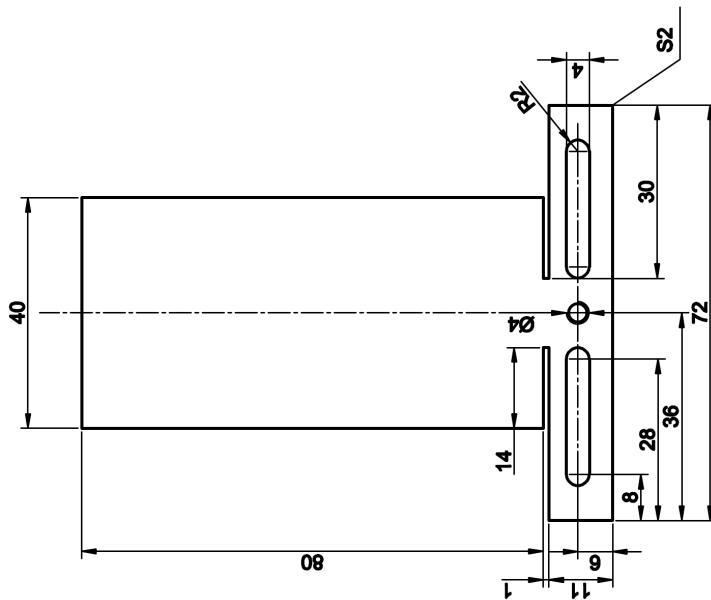
Name TJ-20	Scale 1:1
D16T	
1 tk	

RZ

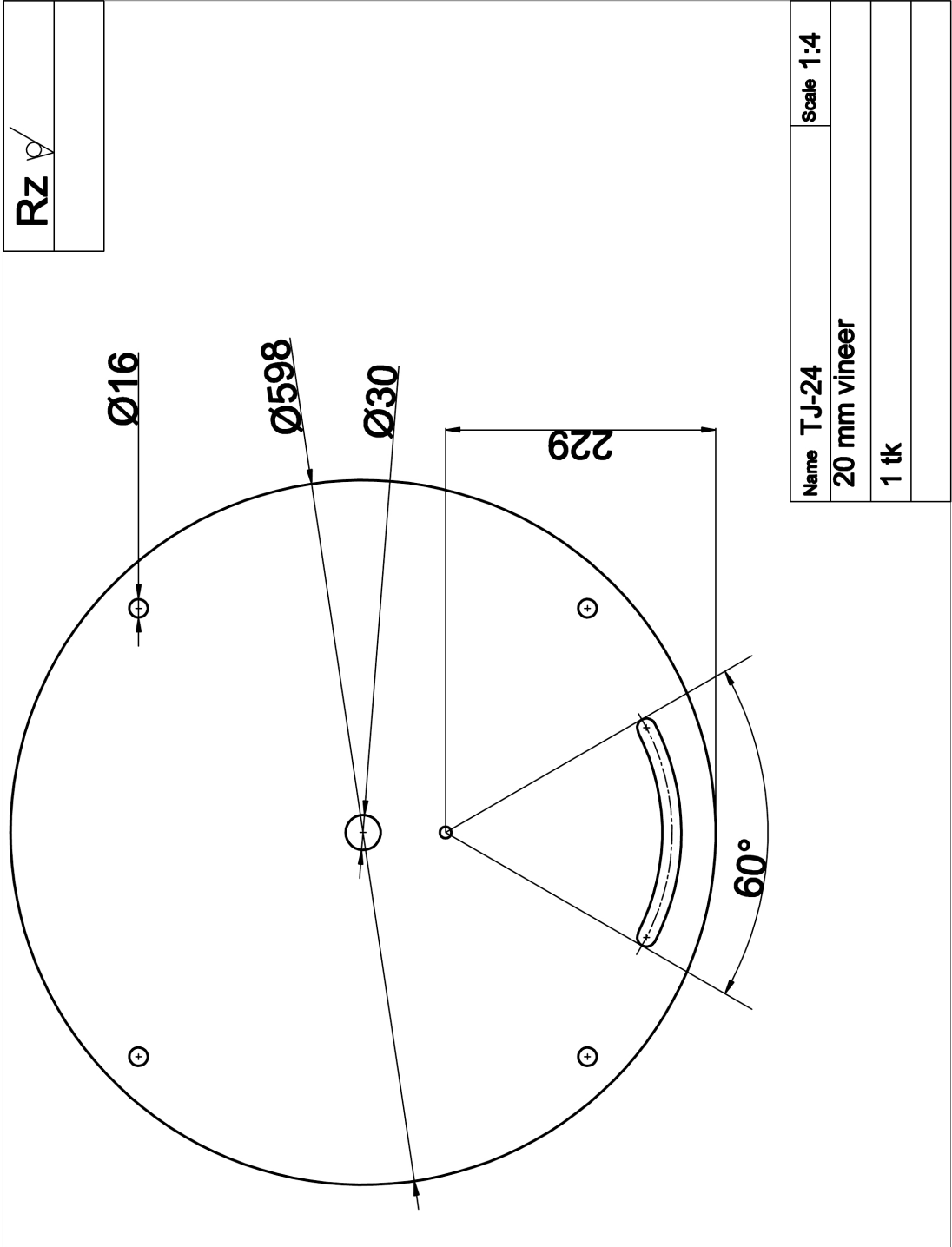


Name TJ-21	Scale 1:10
1 tk	

RZ $\sqrt{\text{v}}$



Name TJ-22	Scale 1:1
D16T	
1 tk	



Kirjanduse allikad

¹ Patentne leiutis: Martin Timusk, Martin Järvekül, Kristjan Saal, Rünno Lõhmus, Ilmar Kink, Ants Lõhmus. Meetod muutuva läbilaskvusega pinnakatte saamiseks ja seda sisaldav elektrooptiline seade. 25.03.2009.

² Patentne leiutis: Anneli Kruve, Koit Herodes, Rünno Lõhmus, Ivo Leito, Ants Lõhmus. Meetod ja seade uuritava aine või seda sisaldava kandevedeliku pihustamiseks ionisatsiooniallikast mass-spektromeetrisse. 27.04.2011.

³ Tätte T, Part M, Hanschmidt K, Paalo M, Kelp G, Saal K., Mäeorg U, Romanov A. E., Natali M, Gurauskis J, Lõhmus, A. (2009). Preparation of different shape metal oxide structures by gelation of oligomeric metal alkoxide concentrates. 10th Trends in Nanotechnology International Conference (TNT2009). Barcelona, Spain. September 07-11, 2009.

⁴<http://www.vision-systems.com/articles/print/volume-8/issue-2/features/profile-in-vision-solutions/imaging-system-freezes-projectile-collision.html>.

⁵ Patent CN102103260 (A) "Rotary camera fixing structure applied to microscope".

⁶ Patent CN201897662 (U) "Multifunctional digital microscope".

⁷ Patent CN201151510 (U) "Image processing circuit of digital microscope having photographic function".

⁸ Patent US2010315503 (A1) „Digital microscope device“.

⁹ Patent US00510636A „Rotational oscillatory scanning optical device“.

¹⁰ Patent US20070242336 "Application for mixing and combining light utilizing a transmission filter, iris, aperture apparatus".

¹¹ Patent US5249077 "Darkfield illuminator for microscope slide".

¹² Patent US7142359 "Lighting device for a microscope".

¹³ Patent US7502164 "Solid state fluorescence light assembly and microscope".

¹⁴ Patent US4351584 "Ring lighting for microscopes".

¹⁵ Patent US4351584 "Ring lighting for microscopes".

¹⁶ Y.-J. Huang, M. Z. Yates. „Copper etching by water-in-oil emulsions“, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 218 (2006), pg 215-220.

¹⁷ N. Z. Azmat, K. D. Ralston, B. C Muddle, I. S. Cole. „Corrosion of Zn under fine size aerosols and droplets using inkjet printer deposition and optical profilometry quantification“, *Corrosion Science*, 53 (2011), pg 3534-3541.

¹⁸ T. Li, K. Nishida, H. Hiroyasu. „Droplet size distribution and evaporation characteristics of fuel spray by swirl type atomizer“. *Fuel* 90 (2011), pg 2367-2376.

¹⁹ C. Pfeifer, D. Kuhn, A. G. Class. „Coupled measurement of droplet distribution and velocity in a fuel spray with digital imaging analysis under elevated pressure“. 15th International Symposium on Applications of Laser Techniques to Fluid Mechanics, Lisbon, Portugal, 05-08 July, 2010.

²⁰ A. D. Sommers, A. M. Jacobi. „Wetting phenomena on micro-grooved aluminum surfaces and modelling of the critical droplet size“. *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol 328, Issue 2, 15 Dec 2008, pg 402-411.

²¹ S. Vafaei, M. Z. Podowski. „Analysis of the relationship between liquid droplet size and contact angle“. *Advances in Colloid and Interface Science*, Vol 113, Issue 2-3, 30 May 2005, pg 133-146.

²² J. Fan, M. C. Wilson, N. Kapur. „Displacement of liquid droplets on a surface by a shearing air flow“. *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol 356, Issue 1, 1 April 2011, pg 286-292.

²³ W. Sauter, J. Pfeil, A. Velji, U. Spicher, N. Laudenbach, F. Altenschmidt et al. „Application of particle image velocimetry for investigation of spray characteristics of an outward opening nozzle for gasoline direct injection“. SAE paper 2006-01-3377; 2006.

²⁴ L. E. Kollar, M. Fazraneh, A. R. Karev. „Modelling droplet collision and coalescence in an icing wind tunnel and the influence of these processes on droplet size distribution“. *International Journal of Multiphase Flow*, Vol 31, Issue 1, Jan 2005, pg 69-92.

²⁵ Y. Zhang, K. Nishida, T. Yoshizaki. „Quantitative measurement of droplets and vapor concentration distributions in diesel sprays by processing UV and visible images“. SAE paper 1001-01-1294; 2001.

²⁶ O. Gulder. „Multiple scattering effects in dense spray sizing by laser diffraction“. *Aerosol Science Technology* 1990; 12:570-7.

²⁷ A. Seo, P. Holm, T. Schaefer. „Effects of droplet size and type of binder on the agglomerate growth mechanisms by melt agglomeration in fluidised bed“. European Journal of Pharmaceutical Sciences, Vol 16, Issue 3, 3 Aug 2002, pg 95-105.

²⁸ K. D. Bartle, E. M. Fitzpatrick, J. M. Kubacki, R. Plant, M. Pourkashanian, A. B. Ross, A. Williams. „The combustion of droplet of liquid fuels and biomass particles“. Fuel, Vol 90, Issue 3, March 2011, pg 1113-1119.

²⁹ E. F. Crafton, W. Z. Black. „Heat transfer and evaporation rates of small liquid droplets on heated horizontal surfaces“. International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol 47, Issues 6-7, March 2004, pg 1187-1200.