



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 28.XII.1966 (P 118 202)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.V.1970

Kl. 42 I, 3/55

MKP G 01 n 27/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: inż. Andrzej Broda, inż. Maria Chodkowska-Broda, mgr inż. Ewa Mackiewicz, mgr inż. Stanisław Mecych

Właściciel patentu: Centralne Laboratorium Przemysłu Bawełnianego, Łódź (Polska)

Sposób ilościowego oznaczania substancji o różnych stałych dielektrycznych w mieszaninach

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób ilościowego oznaczania substancji o różnych stałych dielektrycznych w mieszaninach za pomocą układów elektrycznych, służący do określenia zawartości wody, alkoholi, kwasów itp. w dielektrykach stałych i płynnych. Wynalazek stosuje się również do pomiaru zdolności ochronnej i stopnia zużycia przeciwkorozyjnych powłok ochronnych nałożonych na przewodzące prąd elektryczny podłoża. Sposób stanowiący przedmiot wynalazku może być również wykorzystany do kontroli procesu suszenia oraz nawilgacania, rektyfikacji, ekstrakcji itp., szczególnie do pomiaru wilgotności wyrobów włókienniczych.

Do ilościowego oznaczania substancji w mieszaninie, szczególnie do oznaczania zawartości wody w materiałach, wykorzystuje się zależności między wielkościami nieelektrycznymi a wielkościami elektrycznymi, takimi jak oporność elektryczna mieszaniny, pojemność kondensatora wypełnionego mieszaniną, tłumienie i przesunięcie fazowe mikrofal przenikających przez mieszaninę itp. Dla określenia zawartości wody w wyrobach włókienniczych stosuje się najczęściej pomiar oporności skrośnej to jest oporności elektrycznej między elektrodami umieszczonymi po obu stronach wyrobu przy przyłożeniu stałego napięcia pomiarowego. Istnieje zależność między opornością elektryczną wyrobu a jego wilgotnością. Zależność ta jest różna dla różnych surowców włókienniczych, w związku

2

z czym miernik wyposażony jest w odrębne skale dla poszczególnych surowców. Oporność elektryczna wyrobu zależy również od masy powierzchniowej (masa 1 m²), zawartości środków wypełniających, siły docisku elektrod, prędkości ruchu wyrobu. Zależność oporności od wymienionych czynników powoduje błąd pomiaru wilgotności około $\pm 3\%$.

Celem wynalazku jest sposób ilościowego oznaczania substancji w mieszaninach, w których będą wyeliminowane błędy związane z zależnością wyników od prędkości ruchu danego wyrobu, nierównomierności jego grubości lub opakowania. Aby osiągnąć ten cel wytyczono sobie zadanie analizy zależności podstawowych wielkości elektrycznych od składu ilościowego danej mieszaniny dla ilościowego określenia tej zależności.

Cel ten został osiągnięty przez opracowanie sposobu ilościowego oznaczania substancji według wynalazku, w którym za pomocą znanych układów elektrycznych mierzy się kąt przesunięcia fazy prądu przepływającego przez badaną mieszaninę w stosunku do fazy napięcia doprowadzanego do badanej mieszaniny i porównuje z wartościami kątów przesunięcia fazy prądu przepływającego przez wzorcowe mieszaniny w stosunku do fazy napięcia doprowadzonego do wzorcowych mieszanin. Wartości mierzonych wielkości mieszanin wzorcowych zestawia się w tabelę porównawczą.

Zaletą sposobu ilościowego oznaczania substan-

cji w mieszaninach, według wynalazku, jest wyeliminowanie wpływu prędkości ruchu badanej mieszaniny, jej grubości, oraz wymiarów i siły docisku elektrod, na wynik pomiaru.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat układu do pomiaru kąta przesunięcia fazy prądu w stosunku do fazy napięcia, fig. 2 — układ do pomiaru różnicy kątów przesunięcia fazy napięć, fig. 3 — graficzny obraz zależności między kątem przesunięcia fazy prądu względem fazy napięcia a wilgotnością tkaniny bawełnianej, a fig. 4 — graficzny obraz zależności między kątem przesunięcia faz napięć a zawartością acetonu w mieszaninie acetonu z benzenem.

Wynalazek polega na stwierdzeniu i ustaleniu zależności pomiędzy kątem przesunięcia fazy prądu względem fazy napięcia, lub różnicami kątów przesunięcia faz napięć lub prądów przy przepływie prądu przez materiały o małej przewodności, a składem ilościowym mieszaniny substancji różniących się wartościami stałych dielektrycznych oraz na wykorzystaniu tej zależności do ilościowego oznaczenia substancji w mieszaninie.

Sposób ilościowego oznaczania substancji według wynalazku polega na tym, że mierzy się kąt przesunięcia fazy prądu przepływającego przez badaną mieszaninę w stosunku do fazy napięcia, doprowadzonego do badanej mieszaniny lub mierzy się różnicę kątów przesunięcia fazy napięcia lub prądu na dzielniku napięcia utworzonym przez badaną mieszaninę i porównuje z wartościami kątów przesunięcia fazy prądu przepływającego przez wzorcowe mieszaniny w stosunku do fazy napięcia doprowadzonego do wzorcowych mieszanin lub z wartościami różnicy kątów przesunięcia fazy napięcia lub prądu na dzielniku napięcia utworzonym przez wzorcowe mieszaniny.

Wartości mierzonych wielkości dla mieszanin wzorcowych zestawia się w tabelę porównawczą. Tak samo dla oznaczenia stopnia zużycia badanej powłoki przeciwkorozyjnej lub jej zdolności ochronnej według wynalazku mierzy się kąt przesunięcia fazy prądu przepływającego przez badaną powłokę przeciwkorozyjną w stosunku do fazy napięcia doprowadzonego do badanej powłoki przeciwkorozyjnej lub mierzy się różnicę kątów przesunięcia fazy napięcia lub prądu na dzielniku napięcia utworzonym przez badaną powłokę przeciwkorozyjną i porównuje z wartościami tych samych wielkości otrzymanymi przy przepływie prądu przez wzorcowe powłoki przeciwkorozyjne, oznaczając tym samym zawartość agresywnych składników środowiska w powłoce ochronnej, która to zawartość jest traktowana jako czynnik określający stopień zużycia powłoki. Wartości mierzonych wielkości dla powłok przeciwkorozyjnych wzorcowych zestawia się w tabelę porównawczą.

Układ do pomiaru kąta φ przesunięcia fazy prądu w stosunku do fazy napięcia zestawia się z czujnika pomiarowego 1, o dwóch elektrodach 2 i 3, opornika 4, generatora prądu sinusoidalnie zmiennego 5, wzmacniaczy 6 i 7, oraz miernika 8 przesunięcia fazy. Napięcie z generatora 5 przykładają się do gałęzi utworzonej przez czujnik 1 oraz opornik 4.

Spadek napięcia na oporniku 4 jest w fazie z prądem płynącym przez czujnik 1. Napięcie z generatora 5 doprowadza się do wejścia wzmacniacza 6, natomiast spadek napięcia na oporniku 4 doprowadza się do wejścia wzmacniacza 7. Wyjścia wzmacniaczy 6 i 7 łączy się z miernikiem 8 kąta przesunięcia fazy.

Układ do pomiaru różnicy kąta φ przesunięcia fazowego między przebiegami napięć lub prądów zestawia się z czujnika pomiarowego 9 o trzech elektrodach 10, 11 i 12, generatora prądu sinusoidalnie zmiennego 5, wzmacniaczy 6 i 7 oraz miernika 8 przesunięcia fazy. Napięcie z generatora 5 doprowadza się do elektrod 10 i 12. Warstwy mieszaniny (cieczy) między elektrodami tworzą dzielnik napięć. Napięcie między elektrodami 10 i 12 doprowadza się do wejścia wzmacniacza 6, a napięcie między elektrodami 11 i 12 doprowadza się do wejścia wzmacniacza 7. Wyjścia wzmacniaczy 6 i 7 łączy się z miernikiem 8 kąta przesunięcia fazy.

Podczas pomiaru próbkę 13 mieszaniny umieszcza się między elektrodami 2 i 3 czujnika 1, lub między elektrodami 10, 11 i 12 czujnika 9 i na skali miernika 8 odczytuje się wartość kąta φ przesunięcia fazy między przebiegami napięć lub prądów.

Dla ilościowego oznaczania substancji o różnych stałych dielektrycznych w mieszaninie najpierw wykonuje się szereg pomiarów kąta φ dla wzorcowych mieszanin o znanym składzie ilościowym substancji i ustala zależność zmiany kąta φ w funkcji ilościowego udziału danej substancji w mieszaninie. Dane te zestawia się w tabeli lub ujmuje graficznie na wykresie fig. 3 i 4. Wykres wykonuje się na osiach współrzędnych prostokątnych, przy czym na osi odciętych odkłada się w przyjętych jednostkach wartość składu ilościowego substancji, a na osi rzędnych odpowiadające im wartości kąta φ w stopniach lub radianach.

Pomiary te przeprowadza się kilkakrotnie z zastosowaniem różnych częstotliwości prądu i ustala się częstotliwość prądu, przy której uzyskuje się najwyższą dokładność pomiarów. Wykres dla wzorcowych mieszanin uzyskany przy zastosowaniu danych warunków pomiarów przyjmuje się dla celów porównawczych. Na podstawie wybranego wykresu nanosi się na skalę miernika aparatu pomiarowego, w przyjętych jednostkach, wartości ilościowego składu danej substancji w mieszaninie.

Następnie przy pomocy tak przygotowanego układu przeprowadza się właściwe pomiary. Próbkę 13 mieszaniny o nieznanym składzie ilościowym danej substancji umieszcza się pomiędzy elektrodami czujnika pomiarowego 1 lub 9 i na skali miernika 8 odczytuje się skład ilościowy substancji w mieszaninie w przyjętych jednostkach składu ilościowego substancji.

Poniżej podano przykłady ilościowego oznaczania substancji w mieszaninie sposobem według wynalazku.

Przykład 1. Dla oznaczenia wilgotności tkaniny bawełnianej zestawia się układ pomiarowy do pomiaru kąta przesunięcia fazy prądu w stosunku do fazy napięcia według rysunku fig. 1. Wykonuje się kolejno pomiary kąta φ przesunięcia fazy prądu w stosunku do fazy napięcia dla dziesięciu

wzorcowych próbek 13 tkaniny o różnej wilgotności, którą określa się metodą grawimetryczną. Umieszczając kolejno próbki 13 tkaniny między elektrodami 2 i 3 czujnika pomiarowego 1 wykonuje się trzydzieści pomiarów kąta φ przeprowadzając dla każdej wzorcowej próbki trzy pomiary, załączając kolejno z generatora 5 napięcie $U = 50$ V o częstotliwościach $f = 50$ Hz, $f = 100$ Hz i $f = 1000$ Hz.

Wykonuje się trzy wykresy zależności $\varphi = f$ (W) dla zastosowanych częstotliwości napięcia zasilającego. Wybiera się najkorzystniejszą zależność $\varphi = f$ (W) uzyskaną przy zasilaniu napięciem $U = 50$ V o częstotliwości $f = 1000$ Hz i przyjmuje ją jako skalę miernika 8. Graficzny obraz tej zależności przedstawiony jest na rysunku fig. 3, na którym kąt φ nanosi się w radianach, a wilgotność W w procentach. Tak przygotowany układ używa się do oznaczania wilgotności badanych tkanin bawełnianych. Próbkę 13 badanej tkaniny umieszcza się między elektrodami 2 i 3 czujnika pomiarowego 1, załącza z generatora 5 napięcie $U = 50$ V o częstotliwości $f = 1000$ Hz i bezpośrednio na skali uprzednio wyskalowanego miernika 8 odczytuje się wilgotność badanej tkaniny w procentach.

Przykład II. Dla oznaczenia procentowej zawartości acetonu w mieszaninie acetonu z benzenem zestawia się układ pomiarowy do pomiaru przesunięcia fazowego między przebiegami napięć lub prądów według rysunku fig. 2. Wykonuje się kolejno pomiary kąta φ dla dziesięciu wzorcowych próbek 13 mieszaniny acetonu z benzenem o różnej znanej zawartości składników. Umieszczając kolejno próbki 13 mieszaniny acetonu z benzenem między elektrodami 10, 11 i 12 czujnika pomiarowego 9 wykonuje się trzydzieści pomiarów kąta φ , przeprowadzając dla każdej wzorcowej próbki trzy pomiary, załączając kolejno z generatora 5 napięcie $U = 100$ V o częstotliwościach $f = 50$ Hz, $f = 200$ Hz i $f = 5000$ Hz.

Wykonuje się trzy wykresy zależności $\varphi = f$ (A) dla zastosowanych częstotliwości napięcia zasilającego. Wybiera się najkorzystniejszą zależność $\varphi = f$ (A) uzyskaną przy zasilaniu napięciem $U = 100$ V o częstotliwości $f = 200$ Hz i przyjmuje ją jako skalę miernika 8. Graficzny obraz tej zależności przedstawiony jest na rysunku fig. 4, na którym kąt φ nanosi się w radianach, a zawartość A acetonu w mieszaninie nanosi się w procentach. Tak przystosowany układ używa się do oznaczania składu ilościowego badanych mieszanin acetonu z benzenem. Próbkę 13 badanej mieszaniny umieszcza się między elektrodami 10, 11 i 12 czujnika pomiarowego 9, załącza z generatora 5 napięcie $U = 100$ V o częstotliwości $f = 200$ Hz i bezpośrednio na skali uprzednio wyskalowanego miernika 8 odczytuje się procentową zawartość acetonu w badanej mieszaninie.

Przykład III. Dla oznaczenia zdolności ochronnej i stopnia zużycia powłoki ochronnej epoksydowej pigmentowanej czerwienią żelazową nałożonej wewnątrz zbiornika do magazynowania cieczy zestawia się układ pomiarowy do pomiaru kąta przesunięcia fazy prądu w stosunku do fazy

napięcia według rysunku fig. 1. Wykonuje się kolejno pomiary kąta φ przesunięcia fazy prądu w stosunku do fazy napięcia dla dziesięciu wzorcowych próbek 13 powłok przeciwkorozyjnych, nałożonych na metalowe podłoże, o różnych stopniach zniszczenia korozyjnego, określonego zgodnie z obowiązującymi normami lub zwyczajami. Wzorcowe próbki 13 umieszcza się w naczyniu zawierającym elektrolit. Elektrode 2 czujnika pomiarowego 1 umieszcza się w elektrolicie, rolę elektrody 3 spełnia metalowe podłoże próbek 13, które łączy się z zaciskiem elektrody 3 miernika 1.

Wykonuje się trzydzieści pomiarów kąta φ przeprowadzając dla każdej wzorcowej próbki 13 trzy pomiary, załączając kolejno z generatora 5 napięcie $U = 24$ V o częstotliwościach $f = 50$ Hz, $f = 1000$ Hz i $f = 5000$ Hz. Wykonuje się trzy wykresy zależności kąta φ od stopnia zniszczenia korozyjnego powłoki przeciwkorozyjnej. Wybiera się najkorzystniejszą zależność uzyskaną przy zasilaniu napięciem $U = 24$ V o częstotliwości $f = 5000$ Hz i przyjmuje ją jako skalę miernika 8. Tak przygotowany układ używa się do określenia stopnia zniszczenia korozyjnego powłoki ochronnej w zbiorniku do magazynowania cieczy (roztworu elektrolitu).

Wewnątrz zbiornika, w roztworze elektrolitu, zanurza się pomocniczą elektrodę połączoną z zaciskiem elektrody 2, a metalową konstrukcję zbiornika łączy się z zaciskiem elektrody 3 czujnika pomiarowego 1. Z generatora 5 załącza się napięcie $U = 24$ V o częstotliwości $f = 5000$ Hz i bezpośrednio na skali uprzednio wyskalowanego miernika 8 odczytuje się wartość stopnia zniszczenia korozyjnego powłoki przeciwkorozyjnej.

Wynalazek nie ogranicza się do sposobu pomiarów wyżej opisanych i przedstawionych w przykładach.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ilościowego oznaczania substancji o różnych stałych dielektrycznych w mieszaninach za pomocą układów elektrycznych, **znamienny tym**, że mierzy się kąt przesunięcia fazy prądu przepływającego przez badaną mieszaninę w stosunku do fazy napięcia doprowadzonego do badanej mieszaniny i porównuje się z wartościami kątów przesunięcia fazy prądu przepływającego przez wzorcowe mieszaniny w stosunku do fazy napięcia doprowadzonego do wzorcowych mieszanin.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że mierzy się różnicę kątów przesunięcia fazy napięcia lub prądu na dzielniku napięcia utworzonym przez badaną mieszaninę i porównuje się z wartościami kątów przesunięcia fazy napięcia lub prądu na dzielniku napięcia utworzonym przez wzorcowe mieszaniny.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że mierzy się kąt przesunięcia fazy prądu przepływającego przez badaną powłokę przeciwkorozyjną w stosunku do fazy napięcia doprowadzonego do badanej powłoki przeciwkorozyjnej lub mierzy się

różnicę kątów przesunięcia fazy napięcia lub prądu na dzielniku napięcia utworzonym przez badaną powłokę przeciwkorozyjną i porównuje się z

wartościami tych samych wielkości otrzymanymi przy przepływie prądu przez wzorcowe powłoki przeciwkorozyjne.

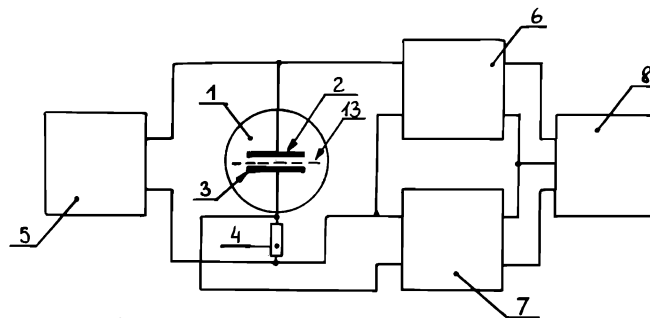


Fig. 1.

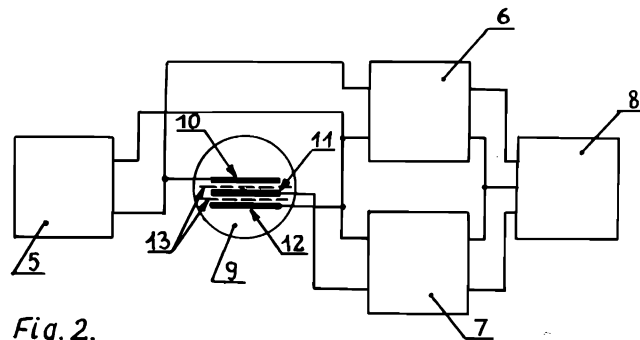


Fig. 2.

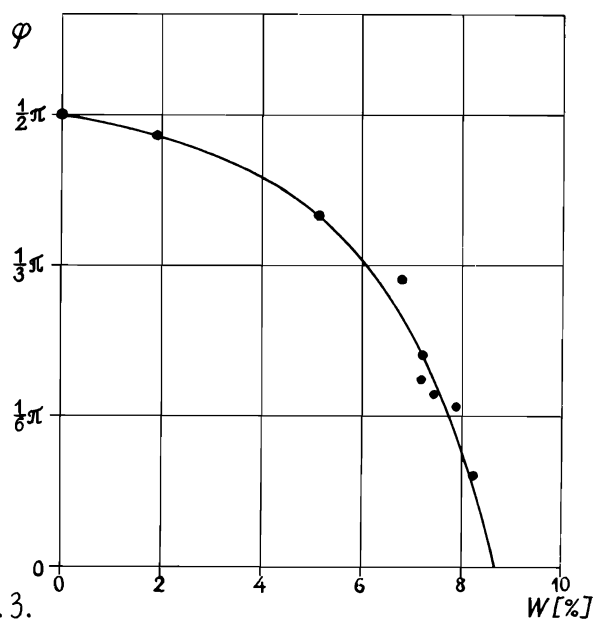


Fig. 3.

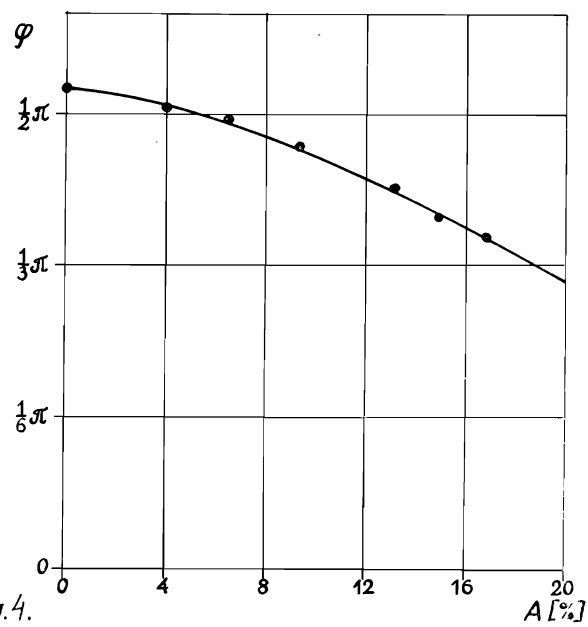


Fig. 4.