



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

244 791

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 04 01 85
(21) /PV 103 - 85/

(51) Int. Cl.⁸

G 01 N 1/00

G 01 N 1/02

(40) Zveřejněno 16 10 85

(45) Vydáno 01 06 88

(75)

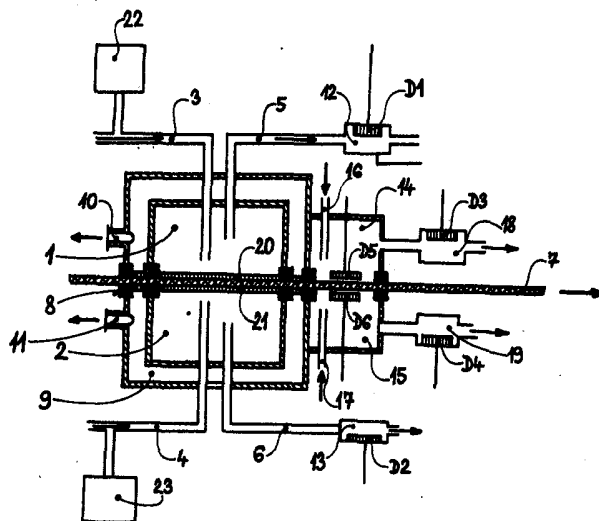
Autor vynálezu

BECKMAN IGOR NIKOLAJEVIČ dr. CSc., MOSKVA /SSSR/;
BALEK VLADIMÍR doc. dr. CSc.;
KRÁLÍČEK JAROSLAV prof. ing. DrSc., PRAHA /ČSSR/

(54)

Způsob kontroly charakteristik materiálů
a zařízení k provádění tohoto způsobu

Řešení se týká způsobu kontroly charakteristik materiálů, například fólií a zařízení k provádění tohoto způsobu. Za účelem stanovení kinetických a termodynamických charakteristik materiálu a citlivosti povrchových vrstev se pohybující materiál místně nasytí nejméně jednou těkavou látkou, s výhodou radioaktivní, například radioaktivním plynem, načež se změří zbytkové množství těkavé látky v materiálu a případně prostupnost a časový průběh uvolňování radioaktivní látky z nasyceného materiálu, a na základě zjištěných hodnot se vyhodnotí charakteristiky materiálu, například jeho celistvost, homogenita či prostupnost. Materiál je možné těkavou látkou nasytit v krátkodobých dávkách, nebo se materiál dále může těkavou látkou nasytit také oboustranně.



Vynález řeší problém kontroly charakteristik materiálů, zejména prostupnosti, celistvosti a homogenity struktury tenkých materiálů, například fólií z umělých hmot.

Užité a provozní vlastnosti materiálů pro balicí fólie, pro separaci plynů, pro izolaci kabelů plastických materiálů nahrazujících kůži a pod. závisejí na struktuře materiálů a stavu jejich povrchových vrstev. Odchyłky od optimálního stavu struktury nebo chemického složení materiálu, výskyt mikropórů či mikrotrhlin vede k nehomogenitě hustoty materiálu, popřípadě k porušení celistvosti jeho povrchu a může výrazně snižovat kvalitu materiálů, respektive předmětů z nich vyrobených.

Proto je velmi aktuálním problémem pro praxi vypracování ne-destruktivních a kontinuálních metod ke kontrole charakteristik materiálů, například ve formě fólií a podobně. Dosavadní metody používané k detekci defektů povrchu materiálů, například využívají roztoku obsahujícího směsi barviv a povrchově aktivní látky k tomu, aby barvivo proniklo v místech defektů povrchu do podpovrchových vrstev materiálů a tak je učinilo viditelnými. Nedostatků uvedených způsobů spočívají v tom, že barvivo může učinit viditelnými pouze defekty na povrchu materiálu, ale neumožňuje získat informace o stavu struktury objemu materiálů, o uzavřených pórech a podobně, pokud tyto změny struktury nejsou spojeny rovněž s poškozením povrchu. Další nevýhodou těchto způsobů je, že jsou obtížně automatizovatelné a poskytují údaje pouze kvalitativního charakteru.

Dále je známa metoda pro zjišťování defektů dutých vláken, spočívající v zaplňování dutého prostoru vlákna roztokem soli a

v následujícím sledování výskytu této soli na povrchu resp. v okolí vlákna. Tento způsob lze použít pouze ke zjišťování defektů typu protržení stěny vlákna.

Byla navržena i autoradiografická metoda spočívající v nasycování povrchu materiálu radiokativním plynem kryptonem ^{85}Kr a v následujícím pokrytí povrchu materiálu vrstvou divinylstyrenu a vrstvou fotografické emulze, sloužící k detekci radioaktivního záření ^{85}Kr , který se nahromadil především v mikrotrhlinách a defektech povrchu. Nevýhodou této metody je značná pracnost a časová náročnost. Metoda neumožňuje sledovat průběh změn charakterizovaných materiálů v dynamických podmínkách vlivu různých faktorů, například ohřevu a podobně. Uvedené způsoby není možno použít k operativní kontrole charakteristiky materiálu, pokud možno v kontinuálním režimu, jak to požaduje praxe.

Způsob kontroly charakteristik materiálů podle vynálezu plně vyhovuje požadavkům rychlé operativní a nedestruktivní metody. Podstata tohoto způsobu spočívá v tom, že se materiál místně nasytí nejméně jednou těkavou látkou, s výhodou radioaktivní, například radioaktivním plynem, načež se změří zbytkové množství těkavé látky v materiálu, popřípadě propustnost plynu materiálem a časový průběh uvolňování těkavé látky z nasyceného materiálu a na základě zjištěných hodnot se vyhodnotí charakteristiky materiálů, například celistvost, homogenita povrchu nebo struktury a propustnost materiálu. Materiál se může nasycovat buď po celou dobu dosažení stavu nasycení materiálu nebo v krátkodobých dávkách, v impulzech. Materiál se může nasycovat jednostranně nebo oboustranně a měření charakteristik materiálů se může provádět i při nepřetržitém plynulém pohybu fólie materiálu přímo na konci výrobní linky. Vynález řeší i vytvoření zařízení k provádění způsobu kontroly charakteristik materiálů podle vynálezu. Podstata tohoto zařízení spočívá v tom, že sestává z horní polokomory a z dolní polokomory, které jsou vrchlíkovité a jsou opatřeny směrem ke kontrolovanému materiálu na obvodu těsněním a do dolní polokomory je zaústěn dolní přívod a v odstupu od něho dolní odvod a do horní polokomory je zaústěn horní přívod a v odstupu od něho horní odvod, přičemž kolem horní polokomory a dolní polokomory je vytvořena další ko-

mora. Horní polokomora může být na spodním okraji opatřena první porézní vložkou a dolní polokomora může být na horním okraji opatřena druhou porézní vložkou. Další komora může mít s výhodou kolem průchozího otvoru pro kontrolovaný materiál uloženo těsnění a je opatřena v horní části prvním trubkovým odvodem a v dolní části dolním trubkovým odvodem pronikající tekavé látky. K další komoře mohou být ve směru pohybu kontrolovaného materiálu připojeny první odplynovací polokomora s pátým detektorem a druhá odplynovací polokomora se šestým detektorem, které mohou být opatřeny prvním přívodem a druhým přívodem a nejméně jednou přidavnou měřicí komůrkou s detektorem, například první přidavnou měřicí komůrkou s třetím detektorem a druhou přidavnou měřicí komůrkou se čtvrtým detektorem. Horní odvod může být s výhodou připojen k první měřicí komůrce s prvním detektorem a dolní odvod je připojen ke druhé měřicí komůrce s druhým detektorem.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že umožňuje odhalit nejen průchozí trhliny materiálu, ale i nehomogenity povrchu a objemu materiálu, které mohou být příčinou porušení funkčních, čili užitných, vlastností materiálu. Způsob může být použit k nepřetržité operativní kontrole materiálu, například přímo na výrobní lince. Na základě jejích výsledků je možno řídit technologii způsobem, při němž parametry materiálu odpovídají jeho požadovaným vlastnostem.

Vynález a jeho účinky jsou blíže vysvětleny pomocí dále uvedených čtyř příkladů jeho provádění a příkladného provedení podle přiložených výkresů, kde obr. 1 znázorňuje schema zařízení pro kontrolu charakteristik materiálů podle vynálezu. Obr. 2 znázorňuje záznamy údajů detektoru D_1 na křivce 1, detektoru D_2 na křivce 2 až do nasycení fólie podle příkladu 2, a detektoru D_2 na křivce 3 při impulsovém způsobu kontroly vlastností fólie podle příkladu 3 a to způsobem kontroly charakteristik materiálů podle vynálezu. Obr. 3 znázorňuje údaje o vstupních impulzech a obr. 4 znázorňuje údaje o výstupních impulzech detektoru D_2 při zjišťování charakteristik membrán pro separaci plynů z příkladu 4 způsobem kontroly charakteristik materiálů podle vynálezu.

Zařízení podle vynálezu sestává z horní polokomory 1 a z dolní polokomory 2, které jsou vrchlíkovité a jsou opatřeny směrem ke kontrolovanému materiálu 7 na obvodu těsněním 8. Do dolní polokomory 2 je zaústěn dolní přívod 4 a v odstupu od něho dolní odvod 6 a do horní polokomory 1 je zaústěn horní přívod 3 a v odstupu od něho horní odvod 5. Kolem horní polokomory 1 a dolní polokomory 2 je vytvořena další komora 9. Horní polokomora 1 je na spodním okraji opatřena první porézní vložkou 20 a dolní polokomora 2 je na horním okraji opatřena druhou porézní vložkou 21. Další komora 9 má kolem průchozího otvoru pro kontrolovaný materiál 7 uloženo těsnění 8 a je opatřena v horní části prvním trubkovým odvodem 10 a v dolní části dolním trubkovým odvodem 11 pronikající tekavé látky. K další komoře 9 jsou ve směru pohybu kontrolovaného materiálu 7 připojeny první odplynovací polokomora 14 s pátým detektorem D₅ a druhá odplynovací polokomora 15 se šestým detektorem D₆, které jsou opatřeny prvním přívodem 16 a druhým přívodem 17 a nejméně jednou přidavnou měřicí komůrkou s detektorem, například první přidavnou měřicí komůrkou 18 s třetím detektorem D₃ a druhou přidavnou měřicí komůrkou 19 se čtvrtým detektorem D₄. Pátý detektor D₅ a šestý detektor D₆ měří radioaktivitu, zachycenou v materiálu. Horní odvod 5 je připojen k první měřicí komůrce 12 s prvním detektorem D₁ a dolní odvod 6 je připojen ke druhé měřicí komůrce 13 s druhým detektorem D₂.

Způsob kontroly charakteristik materiálů, například fólií, spočívá v tom, že za účelem stanovení kinetických a termodynamických charakteristik materiálu a citlivosti povrchových vrstev se pohybující materiál místně nasytí nejméně jednou tekavou látkou, s výhodou radioaktivní, například radioaktivním plynem, načež se změří zbytkové množství tekavé látky v materiálu a případně prostupnost a časový průběh uvolňování radioaktivní látky z nasyceného materiálu, a na základě zjištěných hodnot se vyhodnotí charakteristiky materiálu, například jeho celistvost, homogenita či prostupnost. Materiál se může tekavou látkou nasycovat v krátkodobých dávkách. Materiál se může také tekavou látkou nasycovat oboustranně.

Příklad 1

244 781

Automatická kontrola nehomogenit průmyslových polyetylenových folií se zkoumá tak, že na folii zkoumaného materiálu o tloušťce 100 um se fixuje zařízení tak, že horní polokomora 1 a dolní polokomora 2 jsou z jedné strany fólie a k hornímu trubkovému odvodu 10 a dolnímu trubkovému odvodu 11 se připojí vývěva k dosažení vakua 10^{-1} Torrů s cílem zabránit eventuálnímu úniku těkavých látek do prostředí. Po dosažení tohoto stupně vakua se horním přívodem 3 vpouští do horní polokomory 1, dolním přívodem 2 do dolní komory 2 vzduch nebo jiný nosný plyn o konstantním průtoku například 60 ml/min a po uplynutí doby 5 minut se z prvního zásobníku 22 k proudu nosného plynu připouští radioaktivní plyn /krypton ^{85}Kr / a prvním detektorem D₁ v první měřicí komůrce 12 na výstupu z horní polokomory 1 se měří jeho radioaktivita. Radioaktivní plyn nasycuje kontrolovaný materiál 7 a postupně proniká do dolní polokomory 2, kde je unášen nosným plynem vpouštěným do dolní polokomory 2, který jej unáší do druhé měřicí komůrky 13 k měření radioaktivity druhým detektorem D₂. Zhruba po 10 minutách se první zásobník 22 radioaktivního plynu uzavře a horní polokomorou 1 a dolní polokomorou 2 se nechá protékat pouze nosný plyn. První detektor D₁ ukazuje hodnotu koncentrace radioaktivního plynu v nosném plynu na vstupu do kontrolovaného materiálu 7 a druhý detektor D₂ ukazuje koncentraci radioaktivního plynu v nosném plynu po výstupu z kontrolovaného materiálu 7. Výsledky zkoušek materiálu ukázaly, že jestliže byl prvním detektorem D₁ indikován rozptyl v rozmezí 2 %, pak u vzorku zkoumaného materiálu z polyethylenu nízké hustoty, měl druhý detektor D₂ rozptyl hodnot 30 % a u vzorku materiálu z polyethylenu vysoké hustoty byl rozptyl hodnot 15 až 17 %. Tento rozptyl identifikuje nejenom nehomogenity a různé tloušťky folie, ale je i mírou různého stupně krystalizace a defektnosti. Pro kvantitativní hodnocení stupně defektnosti se údaje druhého detektoru D₂ zkoumaného vzorku srovnávají s údaji odpovídajícími vzorku standardnímu se známými vlastnostmi. V případě překročení stanovené míry rozptylu hodnot druhého detektoru D₂ je podáván automatický signál pro regulaci podmínek technologického procesu výroby zkoumaného materiálu. Podobně se může kontrolovat nehomogenita fólie z opačné strany. V tom případě se materiál nasycuje radioaktivním plynem z druhého zásobníku 23 a funkci prvního detektoru D₁ plní

druhý detektor D₂, třetí detektor D₃ plní funkci čtvrtého detektoru D₄ a šestý detektor D₆ plní funkci pátého detektoru D₅.

Příklad 2

Impulsní způsob nepřetržité kontroly vlastností fólie spočívá v tom, že podobně jako v předchozím příkladu se kontrolovaný materiál 7 nasycuje radioaktivním plynem ⁸⁵Kr pouze s tím rozdílem, že doba připojení reservoáru s plynem k proudu nosného plynu je krátká, neboť plyn se vpouští vždy po dobu 1 až 2 minut s přestávkami 3 až 5 minut. V případě nasycování materiálu v impulzech se měří čas maxima impulsu a jeho výška, z jejich rozptylu se hodnotí vlastnosti zkoumaného materiálu, přičemž fólie se pohybuje rychlostí 1 cm za minutu.

Příklad 3

Stanovení homogenity ochranných vrstev polyethylenových fólií probíhá tak, že polyethylenová fólie o tloušťce 100 um pokrytá z jedné strany hliníkovou fólií o tloušťce 10 um se zkoumá tak, že se nasycování materiálu folie provádí radioaktivním plynem ⁸⁵Kr z obou stran. Dále se podobně jako v uvedeném příkladě 1 měří radioaktivita plynu pomocí prvního detektoru D₁ a druhého detektoru D₂, které udávají koncentrace radioaktivního plynu v prostoru při vstupu do membrány a pomocí třetího detektoru D₃, čtvrtého detektoru D₄ se měří množství radioaktivního plynu uvolňovaného z materiálu v čase a pomocí pátého detektoru D₅ a šestého detektoru D₆ se měří množství radioaktivního plynu zachyceného neboli drženého v povrchu materiálu. Tímto způsobem je možno současně charakterizovat homogenitu povrchu polymeru a ochranné hliníkové vrstvy.

Jestliže rozptyl hodnot měřených prvním detektorem D₁ a druhým detektorem D₂ je menší než 2 %, pak rozptyl hodnot třetího detektoru D₃ a čtvrtého detektoru D₄ je 30 % a rozptyl hodnot v hliníkové fólii je 50 %. Jsou-li údaje prvního detektoru D₁ a druhého detektoru D₂ s údaji čtvrtého detektoru D₄ a pátého detektoru D₅ srovnatelné, znamená to, že polyethylenová fólie je oddělena od hliníkové vrstvy a signál upozorní na nutnost regulace provozu technologické linky.

Příklad 4

Charakteristika membrán pro separaci plynů se provádí zvláště u separačních membrán, které jsou vyráběny z polymerního materiálu o vysoké propustnosti a jsou velmi tenké a proto nelze způsobem charakteristiky materiálů uvedené v příkladech 1 a 2 použít, neboť difuzní vlastnosti separačních membrán by se charakterizovaly jako propustnost nehomogenit. Proto se k charakterizaci vlastností takovýchto membrán používá impulsní metody, přičemž se střídavě kontrolovaný materiál 7 nasycuje plyny s rozdílnými difuzními vlastnostmi v materiálu, například pomocí Xe a Kr. Materiál membrány a z polyvinylmethyilsilanu o celkové tloušťce 60 μm a tloušťce pracovní vrstvy 0,5 až 1 μm se nasytí impulsem, například ^{85}Kr po dobu 2 minut s přestávkou 5 minut se na ní nasycuje impulsem dalšího plynu například xenonu. Pomocí prvního detektoru D₁ se měří koncentrace plynů na vstupu do membrány, pomocí druhého detektoru D₂ zase tato koncentrace na výstupu. Na obr. 2 jsou znázorněny charakteristické tvary impulsů, registrovaných druhým detektorem D₂. Poloha impulsů na časové ose a jejich výška jsou charakteristické parametry pro hodnocení separačních vlastností membrány. Doba impulsu závisí zvláště na rychlosti pohybu materiálu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

244 791

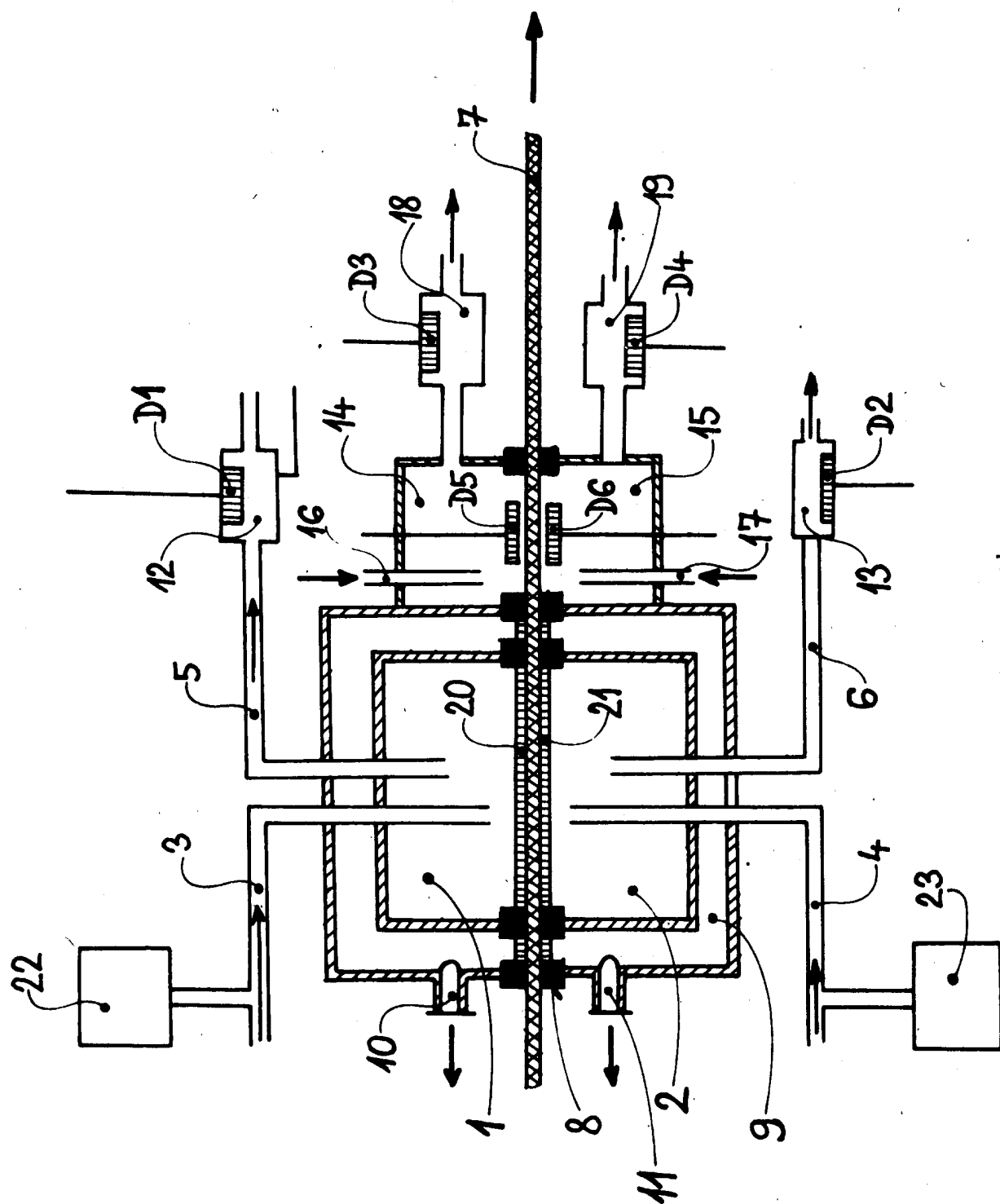
1. Způsob kontroly charakteristik materiálů, například celistvosti, homogenity a prostupnosti fólií, vyznačující se tím, že za účelem stanovení kinetických a termodynamických charakteristik materiálu a citlivosti povrchových vrstev se pohybující materiál místně nasytí nejméně jednou těkavou látkou, s výhodou radioaktivní, například radioaktivním plynem, načež se změří zbytkové množství těkavé látky v materiálu, a případně prostupnost a časový průběh uvolňování radioaktivní látky z nasyceného materiálu, a na základě zjištěných hodnot se vyhodnotí charakteristiky materiálu.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že materiál se těkavou látkou nasycuje v krátkodobých dávkách.
3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že materiál se těkavou látkou nasycuje oboustranně.
4. Zařízení k provádění způsobu podle bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že sestává z horní polokomory /1/ a z dolní polokomory /2/, které jsou vrchlíkovité a jsou opatřeny směrem ke kontrolovanému materiálu /7/ na obvodu těsněním /8/ a do dolní polokomory /2/ je zaústěn dolní přívod /4/ a v odstupu od něho dolní odvod /6/ a do horní polokomory /1/ je zaústěn horní přívod /3/ a v odstupu od něho horní odvod /5/, přičemž kolem horní polokomory /1/ a dolní polokomory /2/ je vytvořena další komora /9/.
5. Zařízení podle bodu 4, vyznačující se tím, že horní polokomora /1/ je na spodním okraji opatřena první porézní vložkou /20/ a dolní polokomora /2/ je na horním okraji opatřena druhou porézní vložkou /21/.
6. Zařízení podle bodů 4 a 5, vyznačující se tím, že další komora /9/ má kolem průchozího otvoru pro kontrolovaný materiál /7/ uloženo těsnění /8/ a je opatřena v horní části prvním trubkovým odvodem /10/ a v dolní části dolním trubkovým odvodem /11/

pronikající těkavé látky.

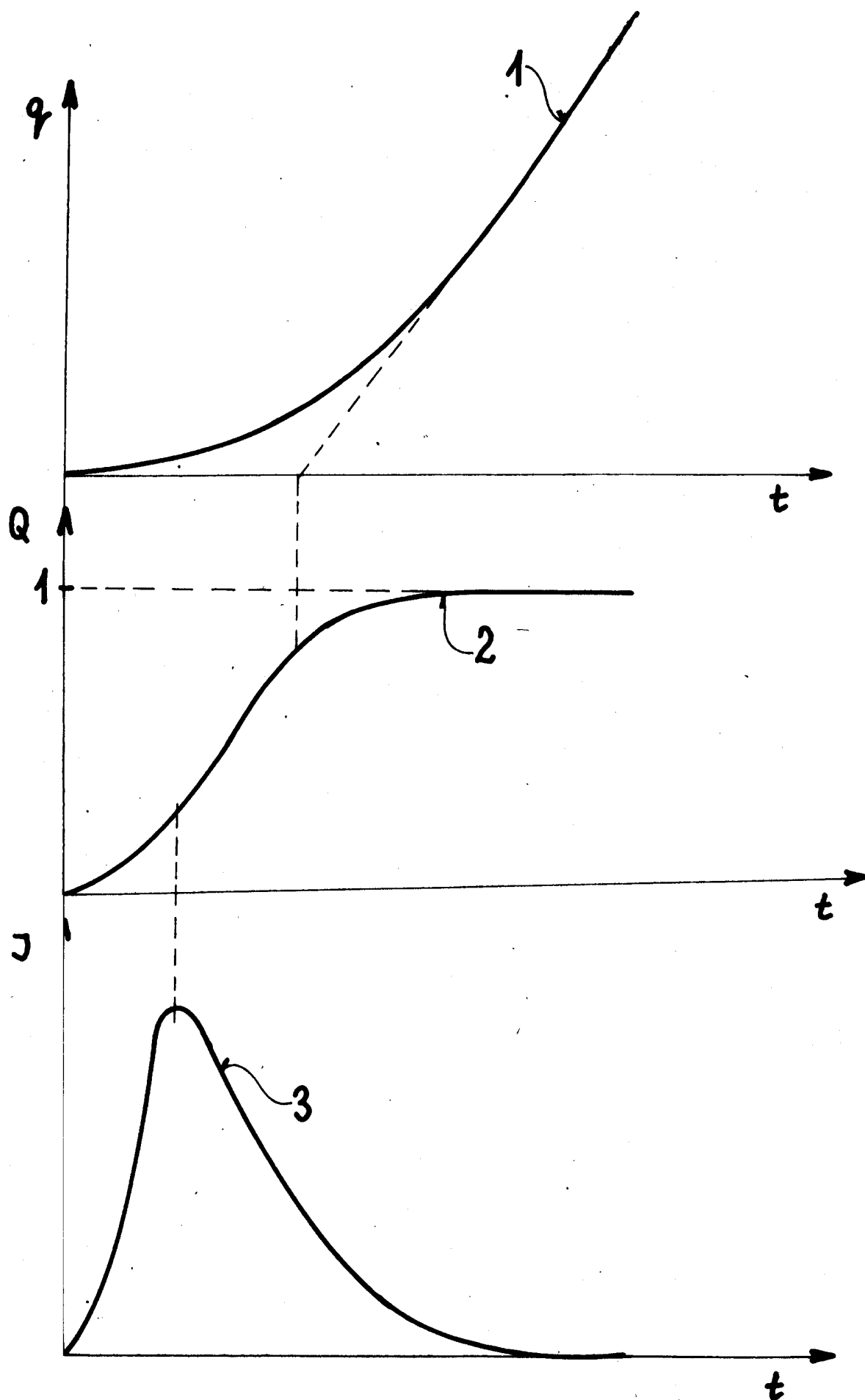
244 791

7. Zařízení podle bodů 4 až 6, vyznačující se tím, že k další komoře /9/ jsou ve směru pohybu kontrolovaného materiálu /7/ připojeny první odplynovací polokomora /14/ s pátým detektorem /D₅/ a druhá odplynovací polokomora /15/ s šestým detektorem /D₆/, které jsou opatřeny prvním přívodem /16/ a druhým přívodem /17/ a nejméně jednou přidavnou měřicí komůrkou s detektorem, například první přidavnou měřicí komůrkou /18/ s třetím detektorem /D₃/ a druhou přidavnou měřicí komůrkou /19/ se čtvrtým detektorem /D₄/.
8. Zařízení podle bodů 4 až 7, vyznačující se tím, že horní odvod /5/ je připojen k první měřicí komůrce /12/ s prvním detektorem /D₁/ a dolní odvod /6/ je připojen ke druhé měřicí komůrce /13/ s druhým detektorem /D₂/.

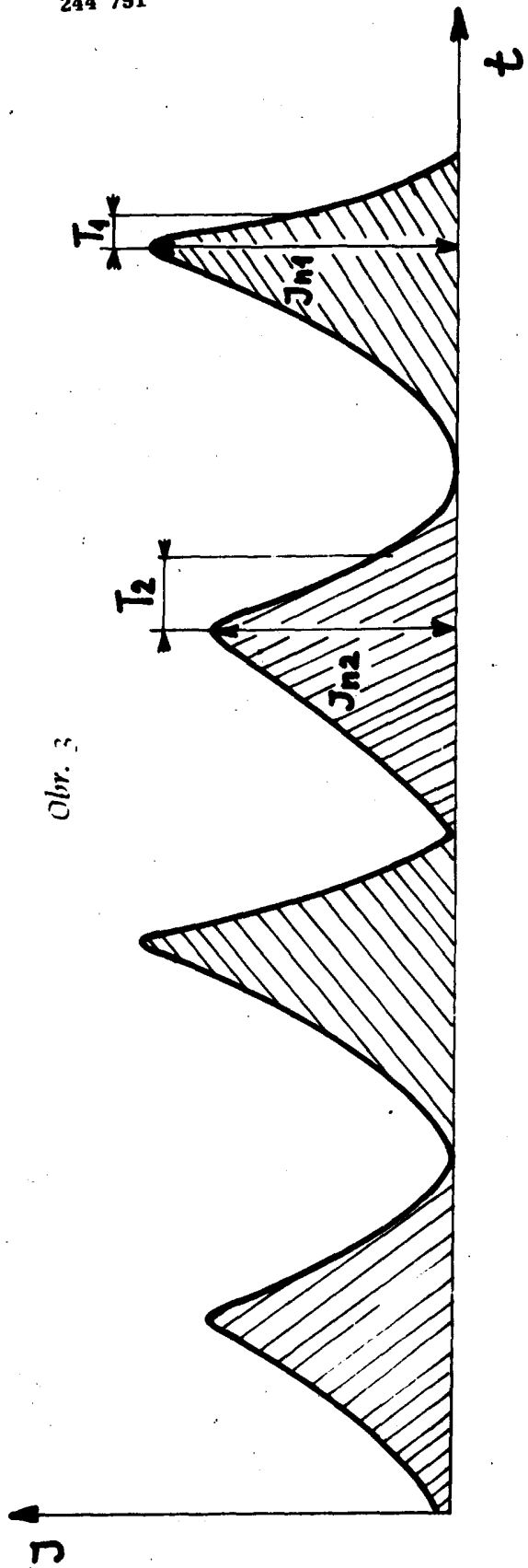
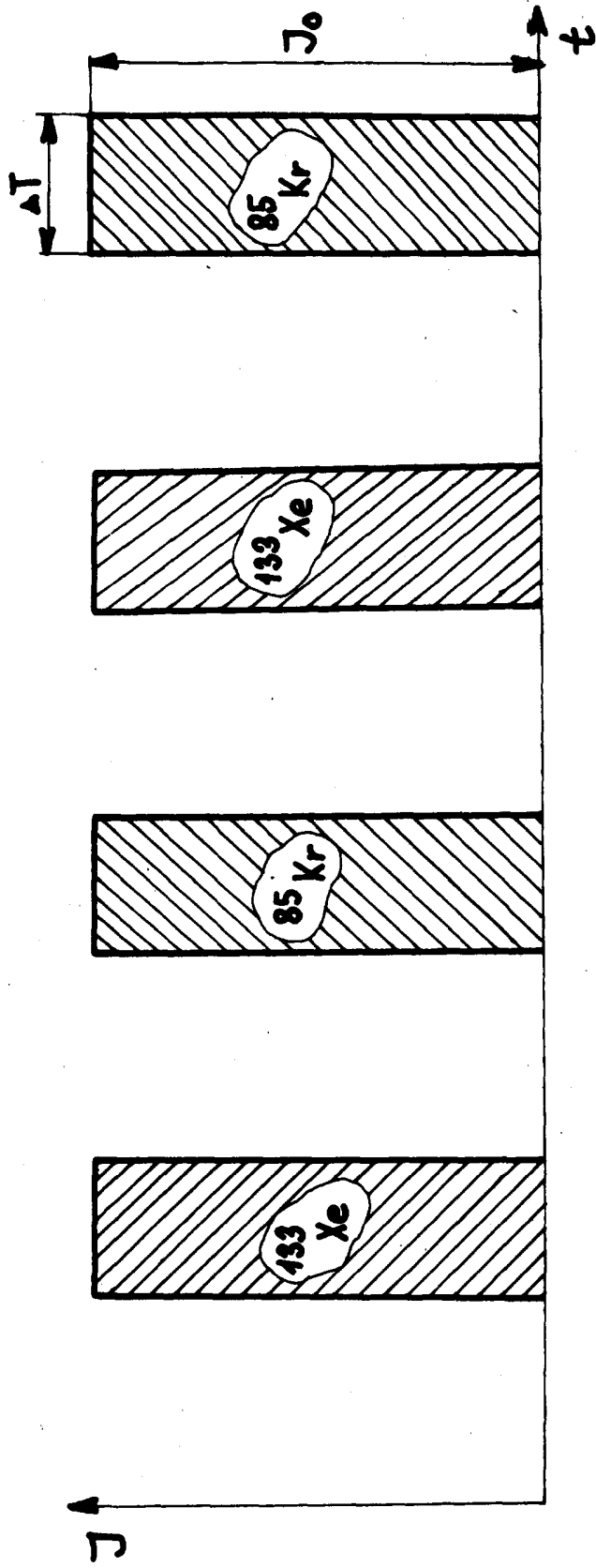
3 výkresy



Obr. 1



Obr. 2



Обр. 3

Обр. 4