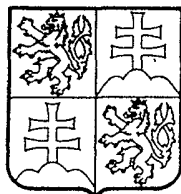


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(21) PV 3416-88.K
(22) Přihlášeno 20 05 88

(40) Zveřejněno 12 02 90
(45) Vydáno 09 09 91

271 612

(11)

(13) B 1

(51) Int. Cl.⁵
G 01 N 7/10

(75) Autor vynálezu

SMÍLEK PAVEL ing. CSc.,
BÍLEK FRANTIŠEK ing., ZLÍN

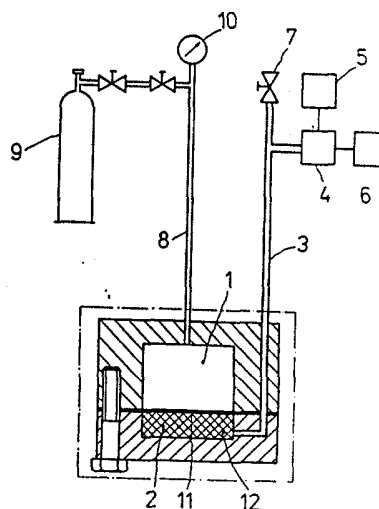
(54)

Způsob měření propustnosti plynů polymerními
materiály a zapojení k provádění tohoto způsobu

(57)

Měření tlaku plynů procházejícího polymerní membránou v dvoukomorové aparatuře spočívá v tom, že v komoře pod membránou se nastaví tlak na tlak okolí, v komoře nad membránou se nastaví přetlak plynu a po uzavření obou komor se snímá a automaticky zaznamenává časový průběh narůstání tlaku plynu.

Zapojení spočívá v tom, že na nízkotlakou komorou (2), oddělenou od vysokotlaké komory (1) polymerní membránou (11), je přes odváděcí trubici (3) připojen na jedné větvi odvzdušňovací ventil (7) a na druhé větvi polovodičový tlakový snímač (4), propojený na výstup s registračním nebo vyhodnocovacím zařízením (6) a napájený zdrojem (5) konstantního proudu.



Vynález se týká způsobu kontinuálního měření a automatického záznamu hodnot při měření propustnosti polymerních materiálů pro plyny, včetně zapojení k provádění tohoto způsobu.

Propustnost plastů a pryží pro plyny je jednou z důležitých charakteristik určujících často rozhodujícím způsobem funkční vlastnosti a užitnou hodnotu výrobků z těchto materiálů. Jako příklad lze uvést mimořádný význam tohoto ukazatele u pneumatik, pryžo-textilních a plastových nafukovacích výrobků, u obalových materiálů atd.

Měření propustnosti polymerních fólií pro plyny dosud známými metodami je pracné a časově náročné. Při měřeních s permanentními plyny se pro běžná laboratorní stanovení používají téměř výhradně metody přetlakové, jež jsou předepsány ve většině mezinárodních norem (ISO 2556 - 1974, ISO 2982 - 1977, ISO 1399 - 1982) i v ČSN 64 0115. ČSN 01 9922 popisující izostatickou metodu měření propustnosti obalových fólií pro plyny je výjimkou a nerozšířila se mimo autorské pracoviště pro značnou komplikovatelnost a technickou náročnost měření.

Podstatou postupu předepsaného v ČSN 64 0115 a v jiných analogických normách je měření vzrůstu tlaku plynu prošlého polymerní membránou v dvoukomorové aparatuře. K měření se používá U-tlakoměr.

Hladina kapaliny vytlačované z jednoho ramene prodifundovaným plynem se vyrovnává na nulovou značku zvyšováním hladiny kapaliny v druhém ramenu tlakoměru. Měření je velmi pracné, protože vyrovnávání hladin kapaliny se provádí ručně, odečítání výšky hladiny kapaliny pomocí milimetrového měřítka je vizuální. Údaje se zaznamenávají ve formě číselných údajů a zpracovávají manuálně. Přesnost odečítání tlaku je asi 1 mm sloupce kapaliny, tj. v případě použití vody 10 Pa.

Určitou možnost snížení pracnosti měření skýtá řešení, jehož podstatou je snímání tlakových změn pomocí platinového drátu zataveného do jednoho ramene U-trubice naplněné rtutí (ASTM D 1434-75). V závislosti na výšce hladiny rtuti vlivem tlaku plynu prošlého zkušebním tělesem mění se odpor platinového drátu. Změny elektrického odporu se zaznamenávají pomocí vhodného zařízení. Lze tak měřit tlakové změny 0,5 mm Hg, tj. asi 67 Pa. Toto řešení v podstatě zachovává konvenční uspořádání měřicí části zařízení a navíc vyžaduje manipulaci se rtutí, která je látkou zdraví škodlivou.

Jiným způsobem je snímání vakua při podtlakovém měření pomocí termočláňkové vakuoměry (čs. autorské osvědčení č. 249 472.) Měřicí systém podle tohoto řešení je vhodný pro stanovení propustnosti vodní páry přes polymerní fólie, ale nelze ho použít pro manometrická měření obecně.

Mimo uvedených zařízení se používají také jiné instrumentální techniky, a to zvláště u izostatických metod pro výzkumné účely. Je to např. technika spektroskopická, interferometrická, tepelně vodivostní a jiné, jež jsou uváděny v odborné literatuře. Tyto metody měření vyžadují zařízení vybavené nezbytnými měřicími aparaturami, jejichž pořizovací cena je vysoká, a jejich použitelnost je zpravidla omezena jen na některé speciální případy. Uvedené nedostatky odstraňuje způsob měření propustnosti polymerních materiálů pro plyny a zapojení k provádění tohoto způsobu podle vynálezu. Podstata způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že v dvoukomorové aparatuře s polymerní membránou oddělující obě komory se v komoře pod membránou nastaví tlak na tlak okolí, v komoře nad membránou se po propláchnutí plynem nastaví přetlak plynu, např. 0,5 MPa, a po uzavření obou komor se začne snímat a automaticky zaznamenávat časový průběh narůstání tlaku plynu prodifundovaného membránou ze zkušebního materiálu do komory pod membránou. Podstata zapojení na měření propustnosti polymerních materiálů pro plyny v zařízení sestávajícím z nízkotlaké komory

a z vysokotlaké komory, na kterou je připojen tlakoměr a zdroj plynu, spočívá v tom, že na nízkotlakou komoru oddělenou od vysokotlaké komory polymerní membránou je připojen na jedné větvi odvodušňovací ventil a na druhé větvi polovodičový tlakový snímač, propojený na výstupu s registračním nebo vyhodnocovacím zařízením a napájený zdrojem konstantního proudu.

Způsob měření propustnosti plynů polymerními materiály a zařízení k provádění tohoto způsobu přináší několik výhod. Především umožňuje kontinuální automatizované měření a registraci experimentálních dat. Místo registrace zapisovačem lze signál z polovodičového tlakového snímače upravit v analogově-číslicovém převodníku, zaznamenat a vyhodnotit vhodným zařízením. Tím se zkouška dále racionalizuje. Zařízení podle vynálezu je poměrně jednoduché a technicky i ekonomicky dostupné. Snímač tlaku lze upravit i pro podtlaková měření, popř. k měření propustnosti polymerních materiálů pro vodní páry nebo páry organických kapalin. Řešení podle vynálezu umožňuje podstatné snížení pracnosti, úsporu pracovních sil, zvýší přesnost a objektivnost měření. Zvýšená přesnost stanovení propustnosti pro plyny umožňuje určit ze záznamů další důležité sorpční charakteristiky, jako je koeficient difuze D metodou "time lag" a rozpustnosti S ze vztahu $S = P/D$, kde P je propustnost.

K podrobnějšímu objasnění vynálezu slouží další popis a výkres, kde je znázorněno celkové schéma zařízení.

Zkušební aparatura se skládá z vysokotlaké 1 a nízkotlaké 2 komory válcového tvaru, které jsou od sebe odděleny membránou 11 ze zkušebního materiálu. Obě komory jsou po vložení membrány 11 a těsnících kroužků pevně spojeny šrouby pravidelně rozmístěnými po obvodu zkušební aparatury. V nízkotlaké komoře 2 je umístěna porézní podložka 12 zabraňující deformaci membrány 11. Do vysokotlaké komory 1 je plyn přiváděn z tlakové láhve 9 přes redukční a jehlový ventil trubicí 8. Tlak ve vysokotlaké komoře 1 je indikován tlakoměrem 10. Pro počáteční vyrovnání tlaků mezi nízkotlakou komorou 2 a okolím před zahájením měření slouží odvodušňovací ventil 7. Nízkotlaká komora 2 je spojena s polovodičovým tlakovým snímačem 4 odváděcí trubicí 3. Polovodičový tlakový snímač 4 je v příkladném provedení zhotoven z vlastního čidla, které používá křemíkovou membránu, v jejíž difuzní vrstvě působením změny tlaku nastává piezoresistencí změna elektrické vodivosti. Tato změna zapříčiňuje rozvážení potenciálů tenzometrického mostu, jež je indikováno např. na elektronickém zapisovači 6. Vzhledem k nízkým potenciálům jsou signály vedeny z polovodičového tlakového snímače 4 do ostatních celků stíněným kabelem přes konektor.

Dvojdílná zkušební komora je ponořena do nádoby s kapalinou, která je temperována.

Způsob měření propustnosti plynů polymerními materiály podle vynálezu je zřejmý z následujícího příkladu:

Byla měřena propustnost fólie z rozvětveného polyetylénu Bralen FB 2-30 pro dusík. Zkušební těleso o průměru $5 \cdot 10^{-12}$ m a tloušťce $8,7 \cdot 10^{-5}$ m bylo vloženo mezi dvě pryzgová těsnění tvaru mezikružší a spolu s nimi pevně uzavřeno v měřicí aparatuře tak, aby tvořilo přepážku mezi nízkotlakou a vysokotlakou komorou. Pracovní plocha zkušebního tělesa činila $1,2566 \cdot 10^{-3}$ m². Vysokotlaká komora 1 byla naplněna zkušebním plynem z tlakové láhve 9 přes uzavírací ventil na tlak $4,9035 \cdot 10^5$ Pa (5 kp/cm^2), který byl přesně nastaven pomocí kontrolního tlakoměru. Při teplotě 296,15 K byl na zapisovači registrován nárůst tlaku prodifundovaného plynu v nízkotlaké komoře 2 měřicí aparatury, který byl snímán polovodičovým tlakovým snímačem 4.

Z lineárních částí registrovaných křivek po dosažení ustáleného toku plynu zkušebním tělesem byly určeny přírůstky tlaku za jednotku času u čtyř paralelních měření: 1,1149;

1,0334; 1,0693; 1,0856 Pa . s⁻¹. Tyto tlakové změny byly přepočteny na objemové pomocí přístrojové konstanty $4,3776 \cdot 10^{-11} \text{ m}^3 \cdot \text{Pa}^{-1}$ a z nich byly s použitím obecně platného vztahu vypočítány hodnoty součinitele propustnosti $6,89 \cdot 10^{-18}$; $6,39 \cdot 10^{-18}$; $6,61 \cdot 10^{-18}$; $6,71 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$.

Aritmetický průměr z těchto hodnot činil $(6,65 \pm 0,21) \cdot 10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{Pa}^{-1} \text{ s}^{-1}$.

Pro rozvětvený polyetylén se v odborné literatuře uvádí $P = 6 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2 \text{ Pa}^{-1} \text{ s}^{-1}$ při 293,15 K.

Změny tlaku v nízkotlaké komoře lze s použitím navrženého zařízení měřit s přesností vyšší než 2 Pa. Podmínky při měření, např. tlak ve vysokotlaké komoře, teplotu měření, citlivost registrace, způsob dalšího zpracování dat z polovodičového tlakového snímače aj. lze vhodně modifikovat, aby optimálně vyhovovaly pro daný případ.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob měření propustnosti polymerních materiálů pro plyny, měřením tlaku plynu procházejícího polymerní membránou v dvoukomorové aparatuře, vyznačený tím, že v komoře pod membránou se nastaví tlak na tlak okolí, v komoře nad membránou se po propláchnutí plynem nastaví přetlak plynu, např. 0,5 MPa, a po uzavření obou komor se začne snímat a automaticky zaznamenávat časový průběh narůstání tlaku plynu, prodifundovaného membránou ze zkoušeného materiálu do komory pod membránou.
2. Zapojení na měření propustnosti polymerních materiálů pro plyny podle bodu 1, v zařízení sestávajícím z nízkotlaké komory a z vysokotlaké komory, na kterou je připojen tlakoměr a zdroj plynu, vyznačené tím, že na nízkotlakou komoru (2) s porézní podložkou (12), oddělenou od vysokotlaké komory (1) polymerní membránou (11) je přes odváděcí trubici (3) připojen na jedné větvi odvodušňovací ventil (7) a na druhé větvi polovodičový tlakový snímač (4), propojený na výstupu s registračním nebo vyhodnocovacím zařízením (6) a napájený zdrojem (5) konstantního proudu.

