



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

211110

(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 01 N 15/00

/22/ Prihlásené 12. 03. 80  
/21/ /PV 1688-80/

(40) Zverejnené 30. 06. 81

(45) Vydané 15. 04. 84

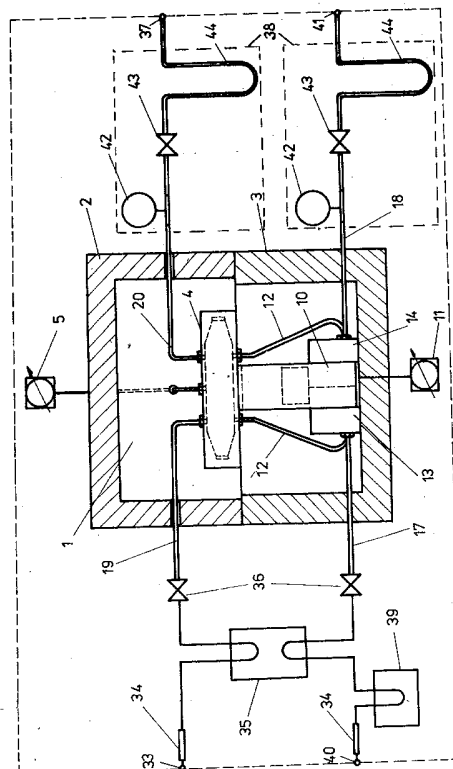
(75)

Autor vynálezu

POPELIŠ MICHAL ing., BABUŠIK ERVÍN ing., JAVORSKÝ EDUARD ing.,  
BRATISLAVA

(54) Spôsob merania teplotnej závislosti permeability plynov cez tuhé látky, najmä fólie z plastov a kaučukov pomocou tepelne vodivostného snímača a zariadenie na tento spôsob

Vynález rieši problém kontinuálneho merania a zápisu hodnôt teplotnej závislosti permeability plynov v rozsahu  $10^{-1}$  až  $10^{-7} \text{ m}^3 \text{ (STP) m.m}^{-2} \text{ s}^{-1} \text{ MPa}^{-1}$  pomocou tepelne vodivostného snímača. Na celú plochu membrány zo skúšobného materiálu sa pôsobí z jednej strany testovacím a z druhej strany nosným plynom o konštantnom parciálnom tlaku pri ustálenej teplote a snímajú sa až do ustálenia zmeny teplotnej vodivosti nosného plynu permeovaného testovacím plynom. Potom sa kontinuálne zvyšuje teplota v  $\leq 2 \cdot 10^{-3} \text{ C.s}^{-1}$  a súčasne sa snímajú zmeny teploty v meracej cele a tepelnej vodivosti vystupujúceho nosného plynu. Zariadenie tvorí meracia cela, temperačná komora, tepelne vodivostný snímač, detektor teploty, rozvodné vedenie plynov a prvky regulácie tlaku a prítoku plynov. Meracia cela je z dvoch diskov, medzi ktorými je membrána. Prívodné kanály plynov sú excentricky v ľavej časti diskov zakončené dýzami súmerne umiestnenými proti sebe a symetricky k výstupným kanálom v pravej časti diskov. Meracia cela je nad komôrkami tepelne vodivostného snímača v temperačnej komore (obr. 1).



Obr. 1

Vynález sa týka spôsobu a zariadenia umožňujúceho plynulé meranie a zápis nameraných hodnôt teplotnej závislosti permeability plynov cez tuhé látky, najmä fólie z plastov a kaučukov s permeabilitou meraného plynu v rozsahu od  $10^{-11}$  do  $10^{-7}/\text{m}^3$  (STP). $\text{m}/\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{MPa}^{-1}$  pomocou tepelne vodivostného snímača (STP - štandardné podmienky - tlak 0,1013 MPa, teplota 273 °K).

Meranie permeability plynov cez fólie z plastov a kaučukov doterajšími metódami je obtiažne a dlhotrvajúce. Najrozšírenejšie používané spôsoby sú manometrické a volumetrické. Pri týchto metódach sú namerané hodnoty nepriaznivo ovplyvnené pôsobením vyššieho tlaku plynu na skúšobné teleso z jednej strany. Tieto metódy neumožňujú ani plynulý zápis veličín, ktoré sú potom diskontinuálneho charakteru.

Ďalej sú známe izostatické prietokové metódy merania permeability plynov, pri ktorých sú použité rôzne plyny a tlak na oboch stranách skúšobnej vzorky je rovnaký, pričom sa meria koncentrácia testovacieho plynu v nosnom plyne. Nevýhodou týchto metód je, že pre požadovanú citlivosť registrácie plynov používajú drahé špeciálne zariadenia napr. chromatografy, interferometre, rádio-izotópové zariadenia, spektroskopické zariadenia atď.

Sú tiež známe pokusy z použitia izostatickej metódy na meranie permeability plynov, kde na vyhodnotenie koncentrácie permeovaného testovacieho plynu v nosnom plyne boli použité vodivostné snímače spolu s chromatografom, alebo pomocou použitia referenčných vzoriek resp. s pomocou nastavovania porovnávacieho prúdu nosného plynu cez tepelne vodivostný snímač odbočkami okolo meracieho priestoru viaccestnými ventilmi.

Nevýhodami týchto metód je potreba používať chromatograf na kvantitatívne stanovenie množstva permeovaného plynu, resp. pri použití viaccestných ventilov vzniká problém nestability teploty a prietoku nosného plynu a zväčšuje sa tzv. "hluchý priestor", odbočkami pre rozvod porovnávacieho prúdu nosného plynu, čím klesá citlivosť a presnosť merania.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob a zariadenie podľa vynálezu. Spôsob merania teplotnej závislosti permeability plynov cez fólie z plastov a kaučukov pomocou tepelne vodivostného snímača podľa vynálezu spočíva v tom, že sa v meracej cele osobitnej konštrukcie pôsobí na celú plochu membrány zo skúšobného materiálu z jednej strany testovacím plynom a z druhej strany nosným plynom o konštantných parciálnych tlakoch.

Potom sa pri stabilnej teplote v meracej cele snímajú až do ustálenia zmeny hodnoty tepelnej vodivosti nosného plynu, zapríčinené permeovaným cez membránu testovacím plynom, ako funkcia výstupného napätia tepelne vodivostného snímača. V danom rozsahu teplôt sa plynule zvyšuje teplota v meracej cele rýchlosťou  $v \leq 2 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  za súčasného snímania a zápisu zmeny teploty v meracej cele a zmeny tepelnej vodivosti nosného plynu, vystupujúceho z meracej cely, t. j. výstupného napätia tepelne vodivostného snímača.

Popísaný spôsob merania je výhodne uskutočňovať na zariadení, ktoré je predmetom tohto vynálezu. Jeho podstata spočíva v tom, že pozostáva z meracej cely, temperačnej komory, tepelne vodivostného snímača, detektora teploty, predhrievača plynov, sušiča plynu a prvkov na reguláciu tlaku a prietoku plynov. Pričom v otvárateľnej valcovej temperačnej komore, ktorá pozostáva zo snímateľnej hornej časti a vyhrievanej dolnej časti je umiestnená rozoberateľná meracia cela s osadeným detektorom teploty.

Dvojica rovnakých diskov meracej cely je zovretá v roztvárateľných čelustiach tak, že medzi horným diskom a dolným diskom je membrána zo skúšobného materiálu. Dolný disk je upevnený na nosníku nad komôrkami tepelne vodivostného snímača, ktoré sú pripevnené k dnu dolnej časti temperačnej komory. Tieto sú prepojené spojovacími vedeniami s meracou celou tak, že prvá komôrka je prepojená s privodným kanálom a druhá komôrka s výstupným kanálom dolného disku.

Na prvú komôrku je zároveň pripojené prírodné vedenie nosného plynu a na druhú komôrku výstupné vedenie nosného plynu. Obe vedenia prechádzajú cez tesné otvory v stenách dolnej časti temperačnej komory a zároveň cez tesné otvory v stenách snímateľnej hornej časti temperačnej komory prechádzajú pružné časti vedenia rozvodu testovacieho plynu. Prírodné vedenie testovacieho plynu je pripojené na prírodný kanál a výstupné vedenie testovacieho plynu je pripojené na výstupný kanál horného disku.

Roztváratelne čeluste sú na jednom konci otočne spojené v čape a na druhom konci uzatváratelne pomocou otočnej zámky. Čeluste sú v tvare delenej kruhovej obrúče s vnútorným profilom negatívnych úkosov k vonkajším obvodovým úkosom na povrchu diskov. Disky sú z chemicky stálego a tepelne vodivého materiálu a medzi ich prečnievajúcimi obvodovými stykovými čelami opatrenými drážkou pre kruhové tesnenie, je napnutá membrána, ktorá delí valcovú dutinu medzi zovretými diskami na hornú a dolnú dutinu.

Membrána je zhora i zdola obložená sieťkou proti ucpaniu štvorcí dýz pre prívod plynov do dutiny. Dýzy sú vytvorené ako šikmé rozvetvenie príslušného prírodného kanála umiestneného excentricky v ľavej časti diskov a sú orientované súmerne proti sebe a symetricky k výstupným kanálom vytvoreným v pravej časti diskov, opäť súmerne proti sebe v dutine meracej cely. V osi súmernosti horného disku je priehlbinka s otvorom pre osadenie detektora teploty, v prírodnom vedení testovacieho plynu k temperačnej komore je zaradený kapilárny vyrovnávač tlaku, predhrievač plynov a vstupný regulačný ventil.

Vo výstupnom vedení testovacieho plynu je zaradený regulačný blok tlaku a prietoku plynu. V prírodnom vedení nosného plynu je okrem kapilárneho vyrovnávača, predhrievača plynov a vstupného regulačného ventilu zaradený medzi kapilárny vyrovnávač a predhrievač plynov ešte sušič plynov a vo výstupnom vedení nosného plynu je zaradený rovnaký regulačný blok tlaku a prietoku plynu, ktorý pozostáva z manometra, regulačného ventilu výhodne ihlového a kapilárneho prietokomeru,

Spôsob a zariadenie podľa vynálezu má najmä nasledujúce výhody:

- umožňuje meranie bez mechanického namáhania skúšobného materiálu tlakom plynov,
- umožňuje plynulý zápis meranej veličiny v závislosti od času a teploty a z týchto hodnôt potom stanoviť aj koeficient difúzie a koeficient rozpustnosti plynu v meranej vzorke,
- umožňuje merať závislosť permeability plynov od teploty kontinuálne,
- umožňuje skrátenie času merania, a to 4 a viacnásobne, a získať potrebné hodnoty z jedného merania v celom intervale teplôt,
- jednoduchosť zariadenia odstraňuje obtiažnú stabilizáciu konštantných hodnôt tlaku a plynov a ich teplôt,
- umožňuje kvantitatívne i kvalitatívne meranie bez špeciálnych prídavných zariadení ako napr. chromatograf,
- konštrukcie meracej cely znižuje tzv. "hluchý priestor", čo má priaznivý dopad na zvýšenie citlivosti merania,
- umožňuje merať permeabilitu plynov v rozsahu od  $10^{-12}$  do  $10^{-7} \left[ \frac{\text{m}^3 (\text{STP}) \cdot \text{m}}{\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{MPa}} \right]$  cez fólie z plastov a kaučukov v rozsahu od  $10 \cdot 10^{-6}$  do  $2 \cdot 10^{-3}$  m hrúbky.

Objasnenie priložených výkresov:

Na pripojených výkresoch je príklad provedenia zariadenie podľa vynálezu, kde na obr. 1 je celková schéma zariadenia a na obr. 2 a 3 je znázornená konštrukcia meracej cely s roztváratelnými čelustami.

Zariadenie znázornené na obr. 1 pozostáva z temperačnej komory 1 valcovitého tvaru, ktorá je otváratelná tak, že horná časť 2 je snímateľná a dolná časť 3 je pevná so zabudovaným vyhrievaním v stenách. Vo vnútri temperačnej komory 1 je umiestnená na nosníku 10

meracia cela 4, ktorej dolný disk 8 je pevne spojený s nosníkom 10 nad oboma komôrkami 13, 14 tepelne vodivostného snímača 11. Komôrky sú upevnené na dne dolnej časti 3 temperačnej komory 1.

Meracia cela 4 je prepojená spojovacími vedeniami 12 s komôrkami 13, 14 tepelne vodivostného snímača 11 tak, že prvá komôrka 13 je spojená s prírodným kanálom 15 dolného disku 8 a výstupný kanál 16 je spojený s druhou komôrkou 14. Meracia cela 4 pozostáva z dvojice rovnakých diskov, horného disku 7 a dolného disku 8, medzi ktorými je membrána 9 zo skúšobného materiálu. Oba disky 7, 8 sú zvierané roztvárateľnými čelustami 6. V meracej cele 4 je osadený detektor 5 teploty v našom prípade termoelektrický článok.

Meracia cela 4 je pripojená na rozvodné vedenia testovacieho a nosného plynu tak, že prírodné vedenie 19 testovacieho plynu je spojené s prírodným kanálom 15 horného disku 7 a výstupný kanál 16 horného disku 7 je spojený s výstupným vedením 20 testovacieho plynu. Prírodné vedenie 19 i výstupné vedenie 20 testovacieho plynu prechádza tesnými otvormi v stenách snímateľnej hornej časti 2 temperačnej komory 1 a je z pružného materiálu, umožňujúceho dobrú manipuláciu pri výmene skúšobnej vzorky - membrány 9.

Komôrky 13, 14 tepelne vodivostného snímača 11 sú obdobne napojené na rozvodné vedenie nosného plynu tak, že prvá komôrka je spojená s prírodným vedením 18 nosného plynu a druhá komôrka s výstupným vedením 18 nosného plynu, ktoré prechádzajú cez tesné otvory v stenách časti 3 temperačnej komory 1.

V oboch komôrkach 13, 14 tepelne vodivostného snímača 11 sú umiestnené elektricky žeravé špirály zapojené do Wheatstonovho mostíka a spojené so zapisujúcim mV-metrom, ktorý umožňuje zápis snímanej zmeny výstupného napätia tepelne vodivostného snímača 11 spôsobené zmenou tepelnej vodivosti nosného plynu vplyvom permeácie testovacieho plynu cez membránu 9 v meracej cele 4. Medzi vstupom 33 testovacieho plynu a temperačnou komorou 1 je v prírodnom vedení 19 testovacieho plynu zaraďený kapilárny vyrovnávač tlaku 34, predhrievač plynov 35 so samostatnou možnosťou regulácie teploty plynov a vstupný regulačný ventil 36. V prírodnom vedení 17 nosného plynu je navyše okrem spomínaných prvkov zaraďený ešte sušič plynov 39.

Vo výstupnom vedení 20 testovacieho plynu i výstupnom vedení 18 nosného plynu je zaraďený regulačný blok 38 pozostávajúci z manometra 42, ihlového regulačného ventilu 43 a kapilárneho prietokomeru 44 zo sklenenej kapiláry ohnutej v tvare U, umožňujúci kvantitatívne merať prietok plynov s vysokou presnosťou. Regulačné prvky v prírodnom a výstupnom vedení plynov umožňujú presné nastavenie a udržiavanie stabilných prietokov oboch plynov po celú dobu merania tak, že v meracej cele 4 dochádza k omývaniu membrány za stálych parciálnych tlakov oboch plynov.

Na obr. 2 a 3 je konštrukcia meracej cely 4, ktorá pozostáva z dvoch oceľových diskov 7, 8 s prečnievajúcimi po obvode vnútornými stykovými čelami 25, v ktorých je vytvorená drážka 26 na uloženie kruhového tesnenia 27. Pevné zovretie oboch diskov 7, 8 zabezpečuje sa pomocou rozoberateľných čelustí 6, ktoré sú v tvare delenej obruče s vnútorným profilom negatívneho úkosu 23 k vonkajším obvodovým úkosom 24 oceľových diskov 7, 8. Otváranie roztvárateľných čelustí 6 umožňuje otočné spojenie v čape 21 na jednom konci a otočná zámka 22 na druhom konci čelustí 6.

Medzi zovretými diskami 7, 8 je valcovitá dutina 28, ktorá je membránou 9, uchytenou a napnutou medzi stykovými čelami 25, rozdelená na hornú a dolnú dutinu. Maximálna hĺbka do 1,0 mm dutiny 28 zabezpečuje minimálny tzv. "hluchý priestor". Membrána 9 je pritom zhora i zdola obložená sieťkou 29 ktorá zamedzuje upanie štvoríc dýz 30, v okamihu spustenia zariadenia, prehnutím membrány 9. Štvorice dýz 30 privádzajúcich plyny na membránu 9 sú vytvorené šikmým rozvetvením príslušného prírodného kanála 15. Šikmé dýzy 30 zabezpečujú dokonalé obmývanie membrány 9 testovacím i nosným plynom.

Prívodný kanál 15 a výstupný kanál 16 sú excentricky vytvorené v telese diskov 7, 8, symetricky k osi súmernosti disku 7, 8. V dutine meracej cely 4 sú pritom orientované súmerne proti sebe jednak štvorice dýz 30 ako aj výstupné kanály 16 čím dochádza k vzájomnej kompenzácií mechanických tlakov od pretekajúcich plynov a teda po stabilizácii tlakov nedochádza k priehybu membrány 9. V telese horného disku 7 je v osi súmernosti priehlbinka 31 s otvorom, v ktorej je osadená CU-fólia 32 odizolovaná od telesa disku 7, na ktorej je upevnený termoelektrický článok-detektor teploty 5, spojený so zapisovacím zariadením.

Príklad spôsobu merania podľa vynálezu je nasledovný: do priestoru meracej cely 4 uloženej v temperačnej komore 1 vyhriatej na vychodziu teplotu merania 25 °C sa na membránu 9 z PE o hrúbke 0,065 mm a hustote  $\rho = 0,914 \text{ kg.m}^3$  privádzajú: predhriaty na 25 °C testovací plyn - CO<sub>2</sub> a vysušený a predhriaty na 25 °C nosný plyn - hélium, pri konštantných parciálnych tlakoch 0,1 MPa. Sníma sa a zaznamenáva výstupné napätie tepelne vodivostného snímača 11 a termoelektrického článku 5.

Po ustálení permeability nosného plynu pri východzej teplote začne sa plynule zvyšovať teplota v temperačnej komore 1 rýchlosťou  $v \leq 2.10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$  až do 60 °C. Snímané zmeny teploty a tepelnej vodivosti vystupujúceho nosného plynu poskytujú údaje o teplotnej závislosti permeability plynu cez PE - fóliu v danom rozsahu teploty.

#### P R E D M E T V Y N Á L E Z U

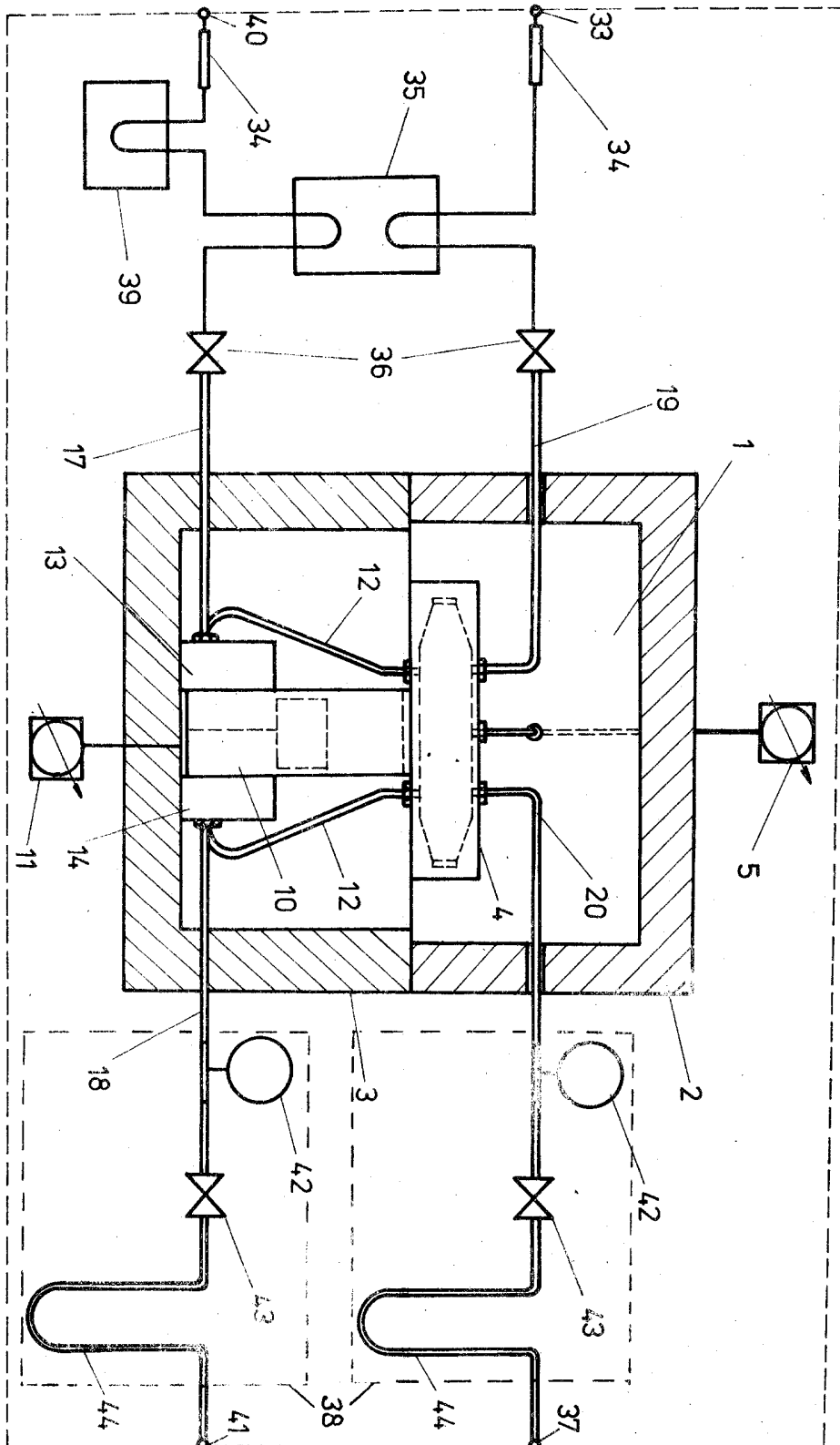
1. Spôsob merania teplotnej závislosti permeability plynov cez tuhé látky, najmä fólie z plastov a kaučukov pomocou tepelne vodivostného snímača vyznačený tým, že v meracej cele sa pôsobí na celú plochu membrány zo skúšobného materiálu z jednej strany testovacím plynom a z druhej strany nosným plynom o konštantných parciálnych tlakoch, potom sa pri stabilnej teplote v meracej cele snímajú až do ustálenia zmeny hodnoty tepelnej vodivosti nosného plynu, zapríčinené testovacím plynom permeovaným cez membránu, ako funkcia výstupného napätia tepelne vodivostného snímača, potom sa v danom rozsahu teplôt plynule zvyšuje teplota v meracej cele rýchlosťou  $v \leq 2.10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$  a súčasne sa pritom snímajú a zapisujú zmeny hodnoty teploty v meracej cele a zmeny tepelnej vodivosti nosného plynu vystupujúceho z meracej cely.

2. Zariadenie k provedeniu merania teplotnej závislosti podľa bodu 1, vyznačené tým, že pozostáva z meracej cely (4), temperačnej komory (1), tepelne vodivostného snímača (11), detektora teploty (5), predhrievača plynov (35), sušiča plynu (39) a prvkov na reguláciu tlaku a prietoku plynov, pričom v otvárateľnej valcovej temperačnej komore (1), ktorá pozostáva zo snímateľnej hornej časti (2) a vyhrievanej pevnej dolnej časti (3), je rozoberateľná meracia cela (4) s osadeným detektorom teploty (5), ktorej dvojica rovnakých diskov (7, 8) zovretá v roztvárateľných čeľustiach (6), pozostáva z horného disku (7) a dolného disku (8), medzi ktorými je membrána (9) zo skúšobného materiálu, pričom dolný disk (8) je upevnený na nosníku (10) nad komôrkami (13, 14) tepelne vodivostného snímača (11), ktoré sú pripevnené k dnu dolnej časti (3) temperačnej komory (1) a sú prepojené spojovacími vedeniami (12) s meracou celou (4), pričom prvá komôrka (13) je prepojená s prívodným kanálom (15) dolného disku (8) a druhá komôrka (14) je prepojená s výstupným kanálom (16) dolného disku (8) a zároveň je na prvú komôrku (13) pripojené prívodné vedenie (17) nosného plynu a na druhú komôrku (14) výstupné vedenie (18) nosného plynu, ktoré vedenia (17, 18) prechádzajú cez tesné otvory v stenách dolnej časti (3) temperačnej komory (1) a zároveň cez tesné otvory v stenách snímateľnej hornej časti (2) temperačnej komory (1) prechádzajú pružné časti vedenia rozvodu testovacieho plynu, pričom prívodné vedenie (19) testovacieho plynu je pripojené na prívodný kanál (15) horného disku (7) a výstupné vedenie (20) testovacieho plynu je pripojené na výstupný kanál (16) horného disku (7).

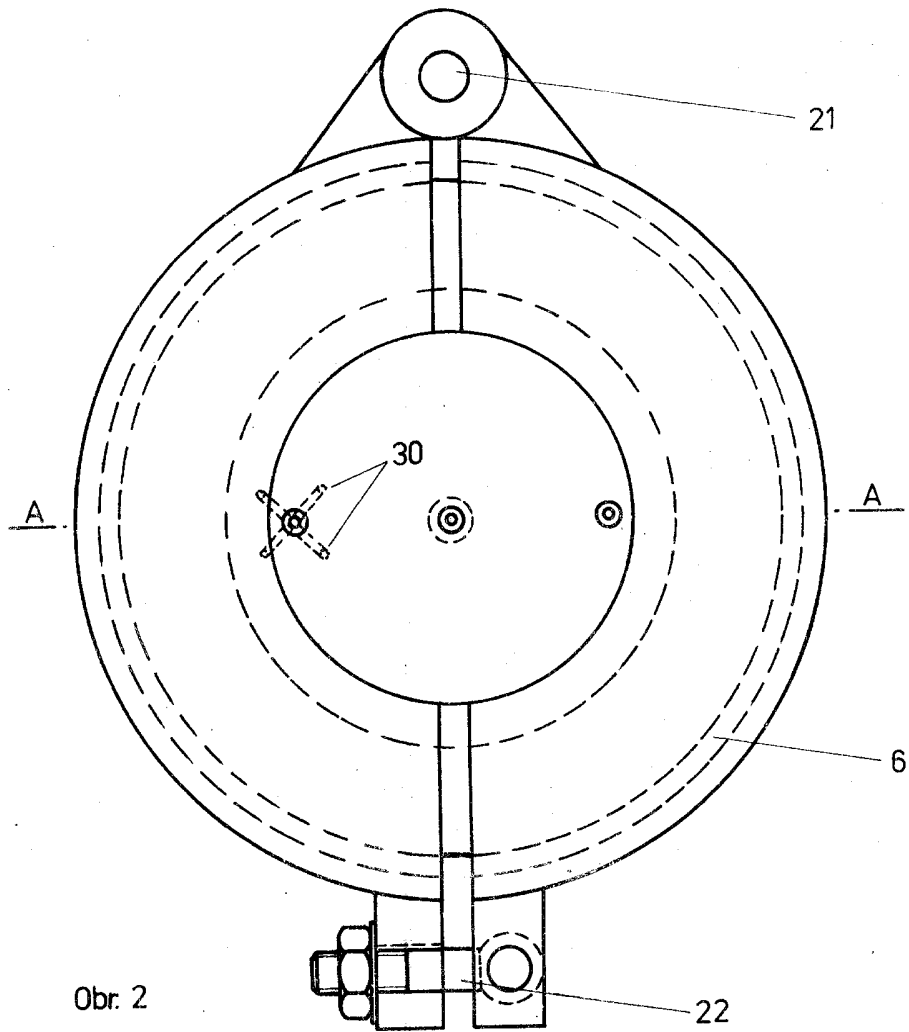
3. Zariadenie podľa bodu 2, vyznačené tým, že meracia cela (4) pozostáva z roztvárateľných čelustí (6), na jednom konci otočne spojených v čape (21) a na druhom konci uzatvárateľných pomocou otočnej zámky (22), ktoré sú tesne dosadajúce v tvare delenej kruhovej obruče s vnútorným profilom negatívnych úkosov (23) k vonkajším obvodovým úkosom (24) na povrchu diskov (7, 8), pričom disky (7, 8) sú z chemicky stáleho a tepelne vodivého materiálu a medzi ich prečnievajúcimi obvodovými stykovými čelami (25) opatrenými drážkou (26) pre kruhové tesnenie (27) je napnutá membrána (9), ktorá rozdeľuje valcovitú dutinu (28) medzi zovretými diskami (7, 8) na hornú a dolnú dutinu, pričom membrána (9) je zhora i zdola obložená sieťkou (29) proti ucpaniu štvorice dýz (30) pre prívod plynov do dutiny (28), ktoré dýzy (30) sú vytvorené ako šikmé rozvetvenie príslušného prívodného kanála (15) nachádzajúceho sa excentricky v ľavej časti diskov (7, 8) a tieto štvorice dýz (30) sú v dutine (28) meracej cely (4) orientované súmerne proti sebe a symetricky k výstupným kanálom (16) v pravej časti diskov (7, 8), ktoré výstupné kanály sú opäť orientované súmerne proti sebe v dutine (28) meracej cely (4), kým v osi súmernosti horného disku (7) je priehlbinka (31) s otvorom pre osadenie detektora (5) teploty, napríklad termoelektrického článku, ktorý je ukotvený na Cu-fólii (32) odizolovanej od telesa horného disku (7).

4. Zariadenie podľa bodu 2, vyznačené tým, že v prívodnom vedení (19) testovacieho plynu medzi vstupom (33) testovacieho plynu a temperačnou komorou (1) s meracou celou (4) je zaradený kapilárny vyrovnávač tlaku (34), predhrievač plynov (35) a vstupný regulačný ventil (36) a vo výstupnom vedení (20) testovacieho plynu je medzi temperačnou komorou (1) a výstupom (37) testovacieho plynu zaradený regulačný blok (38) tlaku a prietoku plynu a ďalej v prívodnom vedení nosného plynu (17) je okrem kapilárneho vyrovnávača (34), predhrievača plynov (35) a vstupného regulačného ventilu (36) navyše zaradený ešte sušič (39) plynu medzi kapilárny vyrovnávač (34) a predhrievač plynov (35), pričom vo výstupnom vedení (18) nosného plynu je zaradený rovnaký regulačný blok (38) pre reguláciu tlaku a prietoku plynu pozostávajúci z manometra (42), regulačného ventilu (43), výhodne ihlového regulačného ventilu a kapilárneho prietokomeru (44).

2 listy výkresov



Обр. 1



Obr. 3

REZ A-A

