

Методы определения точки пузырька в порометре POROLUX™ 1000.

Определение **расчетной** точки пузырька

В данной статье будут рассмотрены особенности измерения **Первой Точки Пузырька (FBP)** на приборе POROLUX™ 1000. Уникальной особенностью данного прибора, является возможность выбора режима обнаружения точки пузырька. Пользователь может выбрать методику обнаружения точки пузырька основанную на стандарте ASTM F-316 (расчетная точка пузырька), или же воспользоваться методикой предложенной разработчиками прибора, и которая, по мнению производителя, позволяет измерить **реальный** размер максимальной поры в образце («правдивая» точка пузырька).

POROLUX™ 1000 – это порометр капиллярного потока, снабженный высокоточными контроллерами потока и давления, и предназначенный для измерения пор диаметром от 18 нм до 500 мкм. В стандартном исполнении прибор снабжен сразу тремя камерами для образцов размером: 13, 25, 47 мм. Это позволяет измерять образцы с различной пористостью (чем меньше пористость, тем большего диаметра должен быть образец). Установленные камеры предназначены для исследования плоских образцов круглой формы, однако при необходимости, для выполнения нестандартных задач, имеется возможность изготовить камеры любого другого диаметра и формы. Перед исследованием пористый образец, предварительно смачивается специальной жидкостью, которая должна полностью заполнить поры в образце. Для этого, необходим хороший контакт между жидкостью и образцом. Возможно использование различных жидкостей (спиртов, силиконовых масел, перфторэфиров), однако, их поверхностное натяжение должно быть точно известно, и введено в программу перед выполнением измерений. Поиск значений поверхностного натяжения жидкости обычно не является проблемой, поскольку для многих веществ они хороши известны. Это значение используется при пересчете измеренного давления на размер пор.

В порометре капиллярного потока, давление азота или другого инертного газа постепенно увеличивается в пределах выбранных границ. Расходомер контролирует поток газа, проходящего через образец. На графике, поток газа отображается как функция давления. Смачивающая жидкость вытесняется из больших пор при меньшем давлении, а для опустошения меньших пор, требуется более высокое давление. Первоначально проводят измерение на смоченном образце (мокрая кривая), а затем проводят тот же эксперимент для полностью сухого образца (сухая кривая).

Определение точки пузырька

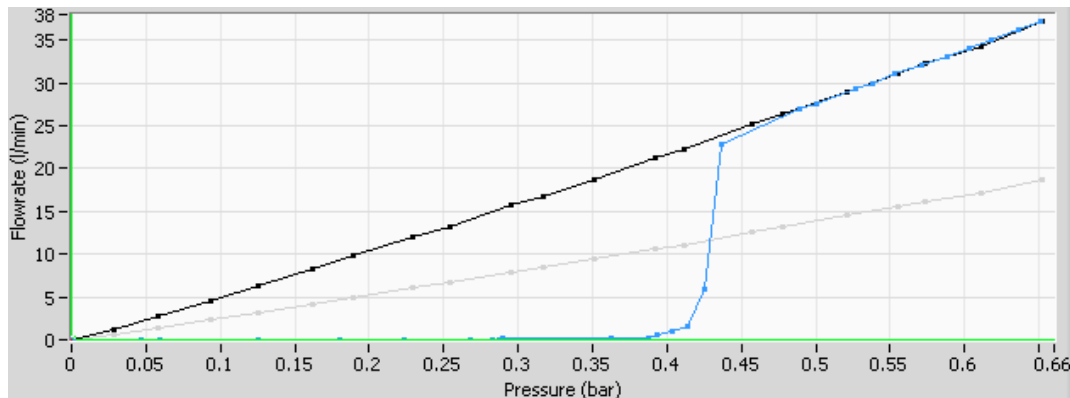
Точку пузырька можно рассматривать как давление, необходимое для получения первого продолжительного потока пузырьков, проходящего через образец. Этот тест может быть выполнен на предварительно смоченном образце, путем повышения давления газа, подаваемого с заданной скоростью над образцом, с последующим появлением нисходящего потока пузырьков, указывающего на прохождение газа через пору наибольшего диаметра в образце (ASTM F316). Первый обнаруженный поток газа, определяется как точка пузырька. Первоначально, приборы собранные самостоятельно, еще использовали визуальный метод определения первого потока пузырьков; давление, необходимое для создания этого потока пузырьков использовалось для расчета точки пузырька. В автоматических методах используются измерители потока (расходомеры), точно определяющие минимальный поток. Первый порометр Култера определял точку пузырька как давление, измеренное при расходе 100 мл/мин. В настоящее время, массовые расходомеры стали более чувствительными и могут измерять меньшие потоки (30 или 50 мл/мин).

Это значит, что не существует универсальной методики определения точки пузырька, всегда следует указывать минимальный поток, который вы используете для расчета точки пузырька (существуют также математические методы поиска начала увеличения потока на графике *поток/давление*).

Недостатком такого подхода является то, что для определения точки пузырька необходим минимальный поток. Как результат, точка пузырька рассчитывается при давлении, которое будет уже немного выше, и поэтому такая расчетная точка пузырька будет несколько меньше. Чтобы преодолеть эту проблему, в **POROLUX™ 1000**, может использоваться метод расчета «**правдивой**» точки пузырька (см. ниже).

Другим недостатком этого метода является то, что реальные измеряемые точки редко измеряются при точно выбранном значении потока 30, 50 или 100 мл/мин. Поэтому, эти точки пузырька обычно экстраполируются или берутся ближайšie точки данных к выбранным потокам точки пузырька. На приведенном ниже графике, показан пример измерений с постепенным увеличением давления. После выполнения измерений мокрой кривой (голубой) и сухой кривой (черной), появляется окно, предлагающее несколько опций для расчета точки пузырька (см. рис).

Porometer.ru



Calculated Bubble Point

Bubble point was not measured.
You are offered one or more calculated bubble points.
You may choose one from the list below:

Calculation method:	Result:
Size at 30 ml/min flow	5.45 μm
Size at 50 ml/min flow	2.29 μm
Size at 100 ml/min flow	2.22 μm
Differential size accounting	1.50 μm

Resulting diameter: 2.29 μm (0.280 bar at 50.0 ml/min flow)

Accept calculated bubble point No thanks

Calculated Bubble Point

Точка пузырька не была измерена.
Вам предложены одна или несколько расчетных точек пузырька.
Вы можете выбрать одну из предложенного ниже списка.

Расчетный метод:	Результат:
Размер при потоке 30 мл/мин	5.45 мкм
Размер при потоке 50 мл/мин	2.29 мкм
Размер при потоке 100 мл/мин	2.22 мкм
Учитывая дифференциальный размер	1.50 мкм

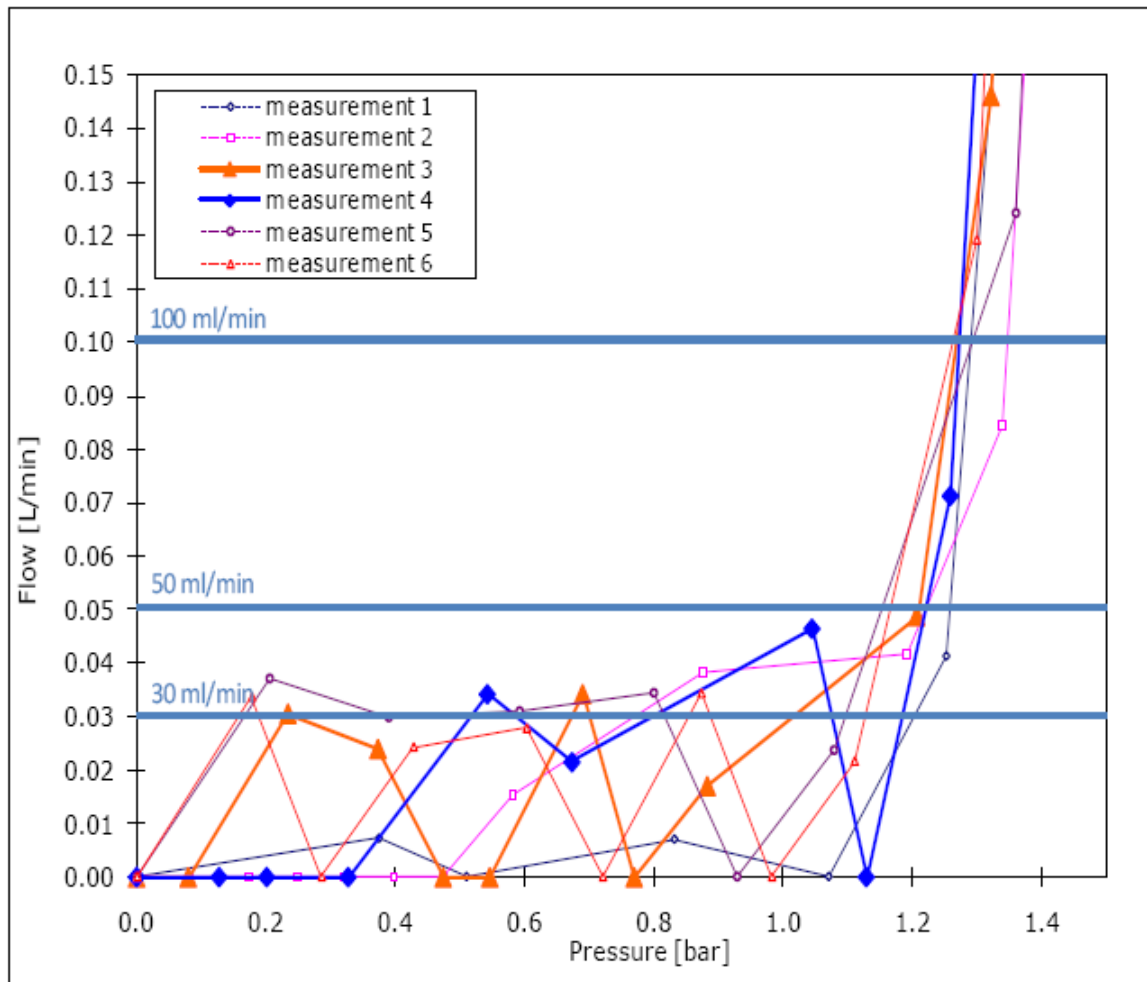
Итоговый диаметр: 2.29 мкм (0.28 бар при потоке 50мл/мин)

Принять рассчитанную точку пузырька Нет спасибо

Очевидно, что в таком методе расчета точки пузырька, чем меньшее значение минимального потока выбирается, тем оно ближе к реальной точке пузырька, 30 мл/мин будет ближе к реальной точке пузырька, чем 100 мл/мин.

Влияние выбора минимального расхода продемонстрирована на графике ниже. На нем приведены результаты тестирования шести изготовленных из одинакового материала образцов, демонстрирующих великолепную воспроизводимость для мокрой кривой.

Используя метод predetermined minimum flow rate для расчета точки пузырька, первая точка при которой поток, проходящий через образец, пересекается с установленным минимальным потоком, берется как расчетная точка пузырька. Однако следует знать, что в порометре и датчик давления и расходомер физически установлены выше образца. Давление повышается путем увеличения количества газа в камеру. Добавление газа, подразумевает определенный газовый поток, который будет учитываться газовым расходомером (поскольку он расположен над образцом).



Таким образом, небольшой поток газа может быть обнаружен еще до прохождения первого газового потока через поры образца. В зависимости от давления и времени стабилизации газового потока (задается пользователем), поток может превысить значение газового потока 30 мл/мин, при этом наибольшая пора еще будет закрыта. И это явление, как раз и наблюдается в данных экспериментах: поток превысил значение 30 мл/мин, но полученная при пересечении с этим потоком рассчитанная точка пузырька не имеет абсолютно никакого физического обоснования. Поэтому, когда точку пузырька рассчитывают исходя из минимального потока, то это часто приводит к большой ошибке. При потоках 50 и 100 мл/мин, некоторые поры действительно открываются и дают более стабильные (и более реальные) расчетные точки пузырька. Таблица ниже дает представление о рассчитанных точках пузырька с такими различными предустановленными потоками:

	Точка пузырька при 30 мл/мин (мкм)	Точка пузырька при 50 мл/мин (мкм)	Точка пузырька при 100 мл/мин (мкм)
Измерение 1	0.38	0.37	0.36
Измерение 2	0.60	0.38	0.34
Измерение 3	2.00	0.38	0.36
Измерение 4	0.89	0.38	0.36
Измерение 5	2.86	0.40	0.36
Измерение 6	2.69	0.39	0.36
Среднее	1.57	0.38	0.36
Стандартное отклонение	1.09	0.01	0.01

Однако этим методом вы не определите действительно верную первую точку пузырька. Как указывалось выше, эта расчетная точка пузырька определяется при давлении, которое будет уже несколько выше (из-за уже существующего потока), и поэтому такая расчетная точка пузырька будет меньше, чем «правдивая» точка пузырька.

Для измерения «правдивой» точки пузырька мы предлагаем использовать другой режим работы, в котором применяется специальная схема для подачи небольшого потока с постоянной скоростью (пользователь может выбрать поток от 5 до 30 мл/мин). Поскольку, находясь в фазе перед наступлением точки пузырька, все поры закрыты смачивающей жидкостью, результатом такого постоянного потока будет линейное увеличение давления (аналогично воздушному шару надуваемому с постоянной скоростью). Достигнув необходимого давления, наибольшая пора откроется, и внезапное изменение линейного роста давления будет зафиксировано. Этот метод определения «правдивой» точки пузырька описан в другой статье более подробно.

Вывод:

Не существует универсального метода определения точки пузырька, поэтому нужно всегда указывать, каким способом точка пузырька была найдена. **POROLUX™ 1000** предлагает несколько режимов определения точки пузырька.

В непрямом способе, пользователь может выбрать один поток в качестве «первого потока» из нескольких для определения точки пузырька.

POROLUX™ 1000 позволяет также измерять «правдивую» точку пузырька, используя теоретически более верный подход, в котором измеряется действительно открывающаяся пора. Она может быть измерена с разной чувствительностью, для того чтобы определить точку как можно точнее.

*В написании статьи использованы материалы, представленные на сайте www.porometer.com
При копировании любых материалов, ссылка на источник обязательна!*