

Методы определения точки пузырька в порометре POROLUX™ 1000.

Определение «правдивой» 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, или же воспользоваться методикой предложенной разработчиками прибора, и которая, по мнению производителя, позволяет измерить **реальный** размер максимальной поры в образце.

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).

«Правдивая» точка пузырька

В порометрии капиллярного потока, точка пузырька долгое время определялась по методике, описанной в стандарте ASTM F-316, как давление, измеренное при предварительно заданном потоке. Это, так называемый **расчетный режим измерения** точки пузырька. Когда прибор работает в этом режиме, то в программе можно выбрать несколько предопределенных потоков для расчета **Первой Точки Пузырька**. В режиме определения «**правдивой**» точки пузырька, **POROLUX™ 1000** находит настоящую, определенную физически точку пузырька.

Первый разработчик анализаторов точки пузырька, определял точку пузырька более точным способом: фильтр помещался в маленькую емкость, заполненную водой или другим растворителем, которая подсоединялась к источнику давления, позволяющему постепенно наращивать давление (см. рис.1). Давление, при котором наблюдался первый продолжительный поток пузырьков, и есть давление точки пузырька. Это давление можно легко пересчитать на размер поры в точке пузырька.

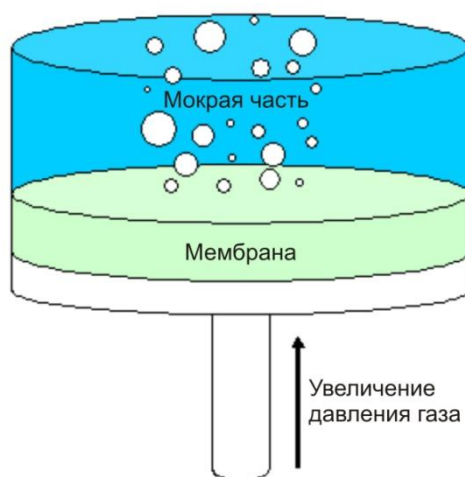


Рисунок 1: Схема первого Анализатора точки пузырька

Режим определения «**правдивой**» точки пузырька похож на метод, используемый в первых анализаторах. Внутри **POROLUX™ 1000**, помимо датчика давления и потока, находится маленький контроллер расхода. До тех пор пока первая пора не откроется, вся камера для образцов является закрытой системой (см. рис.2), поэтому, небольшой постоянный газовый поток, будет давать небольшое линейное увеличение давления.

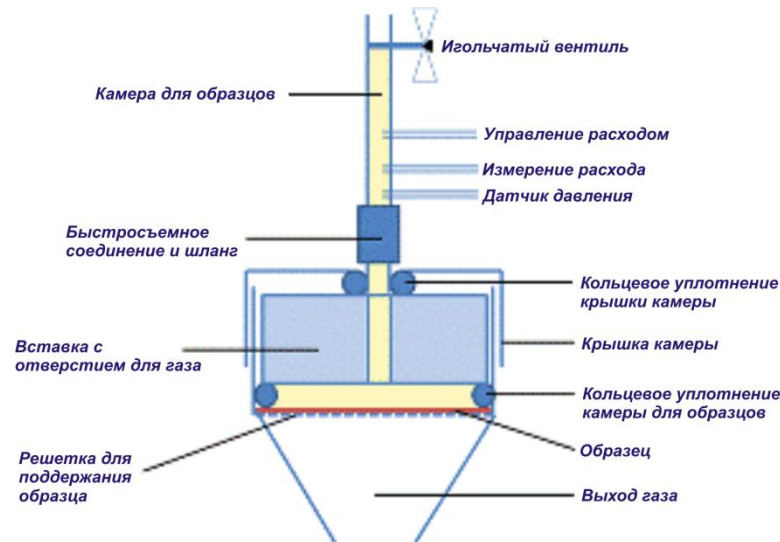


Рисунок 2: Схематичное устройство камеры для образцов в POROLUX™ 1000

В методике определения «**правдивой**» первой точки пузырька, пользователь может выбрать скорость потока от 5 до 30 мл/мин. Результатом подачи газа, будет линейное увеличение давления в камере для образцов. Когда первая (наибольшая) пора откроется, произойдет резкое снижение скорости увеличения линейного давления. Поэтому первая производная давления от времени, постоянно отслеживается. Давление «**правдивой**» точки пузырька – это давление, при котором первая производная начинает отклоняться от прямой линии. В программе, пользователь может задать необходимое максимальное отклонение от прямой линии в процентах (см. рис.3). Соответствующий размер пор определенный по этому давлению, называют «**правдивой**» точкой пузырька.

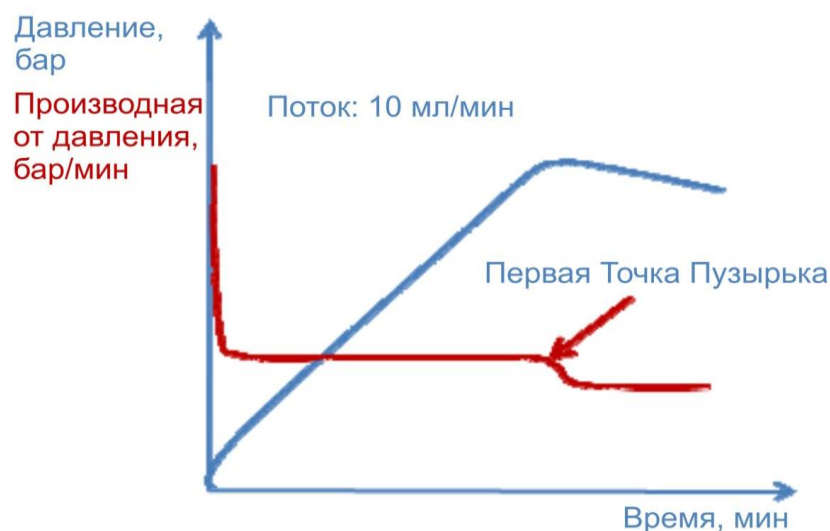


Рисунок 3: Линейное увеличение давления и первая производная от давления как функция времени для типичного теста точки пузырька

В таблице 1 приведены результаты определения «правдивой» точки пузырька для двух различных образцов проведенные несколько раз. Были установлены идентичные настройки измерения: 30 мл/мин для потока газа к образцу, и требуемое отклонение сигнала давления – 50%. Как Вы можете убедиться, метод дает хорошо воспроизводимые результаты.

	Измеряемая FBP, образец 1 (мкм)	Измеряемая FBP, образец 2 (мкм)
Тест 1	1.57	1.55
Тест 2	1.56	1.61
Тест 3	1.56	1.56
Тест 4	1.57	1.57

Таблица 1: Измерение точки пузырька, с использованием «правдивого» метода измерения на POROLUX™ 1000

POROLUX™ 1000 может также работать в режиме «измерения только точки пузырька», в этом режиме прибор измеряет только первую точку пузырька. В режиме «полной порометрии» существует опция «пропуска точки пузырька». Когда эта кнопка не горит, **POROLUX™ 1000** работает в режиме измерения «правдивой» первой точки пузырька, как это описано выше. Первая записанная точка, будет измеренной, «правдивой» точкой пузырька (см. FBP на рис. 4). Как только будет обнаружена первая точка пузырька, **POROLUX™ 1000** будет повышать давление от FBP до конечного давления с числом промежуточных точек, заданных пользователем для получения мокрой и сухой кривых. Каждая точка будет записана, только после достижения необходимых стабильных значений потока и давления.

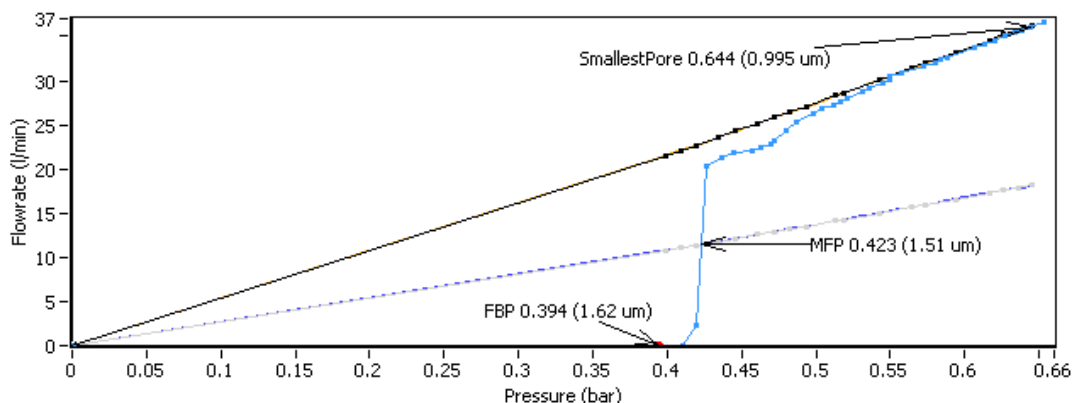


Рисунок 4: Режим измерения «правдивой» точки пузырька

Если кнопка «пропуска точки пузырька» горит, **POROLUX™ 1000** будет работать в режиме «расчета первой точки пузырька». В этом режиме прибор работает по методике, описанной в ASTM F316, где первая точка пузырька будет рассчитываться из давления при определенном потоке. Предполагается, что расчет точки пузырька производится при

различных потоках (30, 50 или 100мл/мин) или с учетом дифференциального размера (который соответствует началу наибольшего увеличения потока для фильтра).

Образец, измеренный на приборе с «**расчетной точкой пузырька**» будет всегда показывать более высокую точку пузырька, чем тот же образец, измеренный на приборе в режиме «**правдивой точки пузырька**» (в первом подходе скорость потока установлена сразу на 50 мл/мин, поэтому давление будет уже выше, а значит диаметр меньше).

Вывод:

POROLUX™ 1000 имеет несколько режимов для поиска первой точки пузырька. В режиме измерения точки пузырька, **POROLUX™ 1000**, дает результат близкий к реальной, физически верной точке пузырька, называемой ПЕРВОЙ ТОЧКОЙ ПУЗЫРЬКА, при которой пора открывается. Чувствительность и скорость определения первой точки пузырька может изменяться пользователем. Это позволяет **POROLUX™ 1000** искать точку пузырька для широко спектра материалов.

Данный прибор, пока что является единственным на рынке, который использует запатентованную технологию определения точки пузырька как экспериментальным, так и расчётным методами, в то время как приборы других производителей используют только расчётный метод. Использование данной технологии позволяет значительно повысить точность выполняемых измерений. Хорошо известно, что именно размер максимальной поры является одним из основных критериев качества при производстве фильтров, пленок, трековых мембран и др. пористых материалов, поскольку именно им определяется размер проходящих частиц. Именно благодаря этой технологии, ряд известных научных центров и исследовательских лабораторий ведущих мировых производств остановили свой выбор на приборах производства Benelux Scientific.

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