

**JACEK LEŚNIKOWSKI**

POLITECHNIKA ŁÓDZKA

KATEDRA AUTOMATYZACJI PROCESÓW WŁÓKIENNICZYCH

## Przyrząd do pomiaru porowatości wykorzystujący metodę objętościowo-ciśnieniową

### Streszczenie

*W referacie przedstawiono konstrukcję przyrządu do pomiaru porowatości zbudowanego w ramach Grantu Promotorskiego. Przedstawiono zasadę działania przyrządu, która wykorzystuje prawa przemian gazowych. Zaprezentowano również wyniki wstępnych pomiarów cech metrologicznych przyrządu.*

### Abstract

*In this paper the construction of porosimeter is presented. The porosimeter is based on the ideal gas law and is fully computerized and automated system. The system can measure the total volume, the total porosity, and the real density of sample. The results of initial measurements of the system are also presented.*

### WSTĘP

Makrostruktura wewnętrzna ciał porowatych, których przykładem mogą być: kompozyty, materiały filtracyjne, materiały izolacyjne, płaskie wyroby włókiennicze, niektóre materiały budowlane itp. w zasadniczy sposób wpływa na obszar zastosowań tych materiałów i dlatego podejmuje się próby wyznaczenia jej charakterystyki. Charakterystyka ta [5] powinna mieć dobrze zdefiniowane wielkości geometryczne, powinna zawierać wyłącznie parametry obserwowalne i mierzalne, a także powinna być użyteczna w tworzeniu teorii opisującej właściwości fizyczne badanego ciała. Wskaźnikiem niosącym najwięcej informacji o strukturze przestrzennej ciał porowatych jest rozkład zastępczych średnic porów. W praktyce jednak, ocena tego wskaźnika jest bardzo trudna i wiąże się z dużym kosztem aparatury. Dlatego też często ogranicza się badania do porowatości, która jest łatwiejsza do wyznaczenia. Porowatość, którą należy traktować jako wskaźnik uśredniający zagadnienie w pewnej objętości, wyraża się wzorem:

$$\Phi = \frac{V_0}{V_c} \quad (1)$$

gdzie:

$V_0$  - objętość "pustych", niewypełnionych materiałem przestrzeni w próbce

$V_c$  - objętość całkowita próbki

Istnieje ścisły związek między porowatością ciał porowatych a ich cechami użytkowymi takimi jak właściwości akustyczne, ciepłochronne, filtracyjne itp. Znajomość tej wielkości ma duże znaczenie w przewidywaniu właściwo-

ści użytkowych wyrobów finalnych wykonanych z użyciem materiałów porowatych. Obecnie istnieje szereg metod do pomiaru porowatości. Metody te są szeroko opisane w literaturze m.in. w [1],[3],[6],[7],[8]. Każda z opracowanych dotychczas metod posiada szereg wad, które w istotny sposób ograniczają jej zastosowanie do badania specjalnych materiałów np. struktur włóknistych. Do wad tych metod można zaliczyć wysoki koszt aparatury oraz inwazyjność polegającą na konieczności zamaczania badanej próbki w cieczy np. propanolu, rtęci itp. Wynika stąd potrzeba opracowania prostej, taniej, nieinwazyjnej metody pomiaru porowatości. W ramach Grantu Promotorskiego KBN [4] w Katedrze Automatykacji Procesów Włókienniczych Politechniki Łódzkiej są prowadzone prace nad przyrządem wykorzystującym nieinwazyjną metodę pomiaru porowatości. Jedną z takich metod jest metoda wykorzystująca prawa przemian gazowych. Próby zastosowania tej metody były prowadzone wcześniej [2]. W ramach prac prowadzonych w granie wprowadzono istotne poprawki dotyczące zarówno sposobu pomiaru jak konstrukcji przyrządu mające na celu podwyższenie dokładności, zminimalizowanie niepewności oraz poprawę powtarzalności i odtwarzalności poprzez zautomatyzowanie procesu pomiarowego.

### TEORETYCZNE PODSTAWY DZIAŁANIA PRZYRZĄDU

Skonstruowany przyrząd wykorzystuje zjawiska towarzyszące izotermicznej przemianie gazowej. Dla takiej przemiany można przyjąć, że iloczyn ciśnienia i objętości jest stały. Jeżeli zamkniętą komorę o objętości początkowej  $V_0$  wypełnimy gazem idealnym o ciśnieniu początkowym  $P_0$ , to zmianie objętości komory towarzyszy zmiana ciśnienia gazu, przy czym spełniona jest równość:

$$p_0 V_0 = (p_0 + \Delta p_1)(V_0 + \Delta V) \quad (2)$$

gdzie:

$\Delta p_0$  - zmiana ciśnienia

$p_0$  - ciśnienie początkowe

$V_0$  - początkowa całkowita objętość powietrza w komorze

$\Delta V$  - zmiana objętości

Jeżeli w komorze umieścimy badaną próbkę to równanie (1) można napisać następująco:

$$P_0 (V_0 - V_x) = (P_0 + \Delta P_2)(V_0 - V_x + \Delta V) \quad (3)$$

gdzie:

$V_x$  - objętość ciała stałego w próbce.

Z powyższych równań:

$$V_x = \Delta V \frac{\Delta p_2 - \Delta p_1}{\Delta p_1 \Delta p_2} p_0 \quad (4)$$

Mając na uwadze, że porowatość  $\Phi$  próbki wyraża się wzorem:

$$\Phi = \frac{V_0}{V_c} = \frac{V_c - V_x}{V_c} \quad (5)$$

można otrzymać, że:

$$\Phi = 1 - \frac{\Delta V (\Delta p_2 - \Delta p_1) p_0}{\Delta p_1 \Delta p_2 V_c} \quad (6)$$

Ze wzoru (5) wynika, że w celu wyznaczenia porowatości badanej próbki należy dwukrotnie zmierzyć skok ciśnienia w komorze pomiarowej przy tej samej zmianie jej objętości  $\Delta V$ . Pierwszy pomiar należy wykonać przy komorze wypełnionej tylko powietrzem, drugi dla komory z umieszczoną w środku badaną próbką.

W skonstruowanym przyrządzie jako gaz roboczy zastosowano powietrze. Obniża to koszty przyrządu, a także pomiaru tym przyrządem. Przyjęto założenie, że powietrze można z przybliżeniem wystarczającym dla poprawności działania przyrządu, traktować jako gaz idealny. Sprawdzenie poprawności tego założenia jest jednym z celów prowadzonych badań.

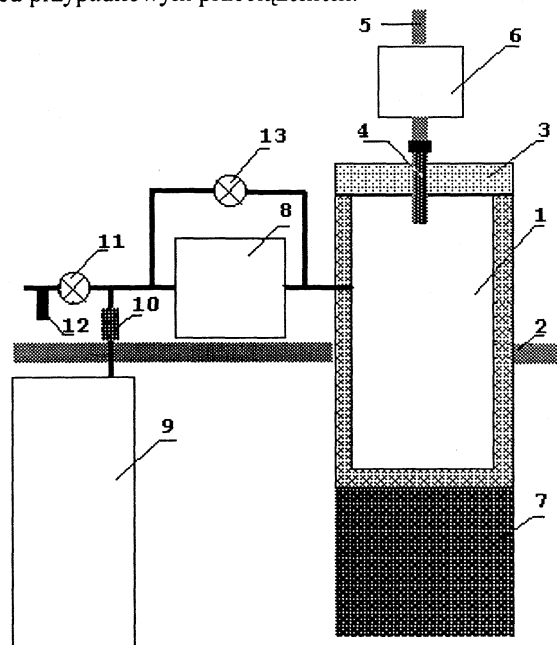
## OPIS PRZYRZĄDU

Poglądowy schemat blokowy części mechanicznej przyrządu przedstawiono na rys.1, a widok na rys. 2. Zasadniczą częścią przyrządu jest cylindryczna komora pomiarowa **1** o średnicy wewnętrznej 45 mm i wysokości 82 mm. Komora ta jest umocowana do stołu **2** i zamykana pokrywą **3**. W pokrywie umieszczony jest centralnie ruchomy tłok **4** połączony z prętem **5** o naciętym gwincie zewnętrznym. Pręt ten, służący do zmiany objętości komory, jest przemieszczany w pionie za pomocą liniowego silnika krokowego **6** z obrotową śrubą. Wymaganą szczelność układu między pokrywą a tłokiem oraz pokrywą i komorą zapewniają uszczelki gumowe typu o-ring.

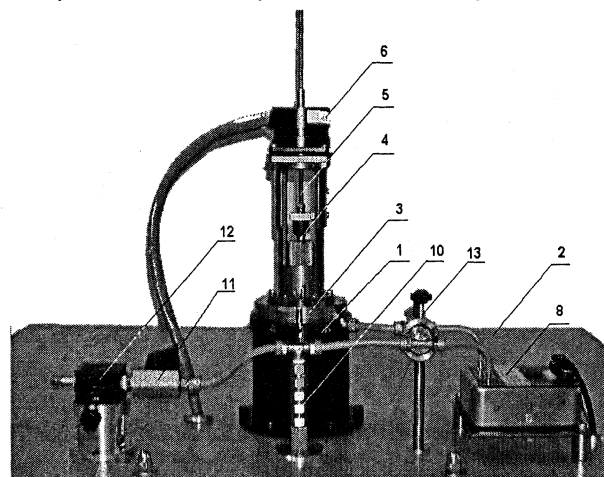
Dolna część komory jest połączona z mosiężnym walcem o dużej masie **7**, którego zadaniem jest stabilizacja temperatury w komorze pomiarowej.

Komora pomiarowa jest izolowana termicznie za pomocą pianki ze spienionego polistyrenu. Ciśnienie w komorze mierzone jest za pomocą ciśnieniomierza różnicowego **8**. Ciśnienie to jest mierzone względem ciśnienia panującego w zbiorniku **9**, którego zadaniem jest zmniejszenie wpływu otoczenia na ciśnienie odniesienia. Zbiornik ten, ze względu na duże wymiary został umieszczony pod stołem i podłączony do ciśnieniomierza za pomocą złącza **10**. Połączenie zbiornika z otoczeniem odbywa się poprzez

zawór kulowy **11** oraz odwadniacz **12**. Między wejściami przetwornika ciśnienia znajduje się zawór kulowy **13** służący do wyrównania ciśnień, co zabezpiecza przetwornik przed przypadkowym przeciążeniem.

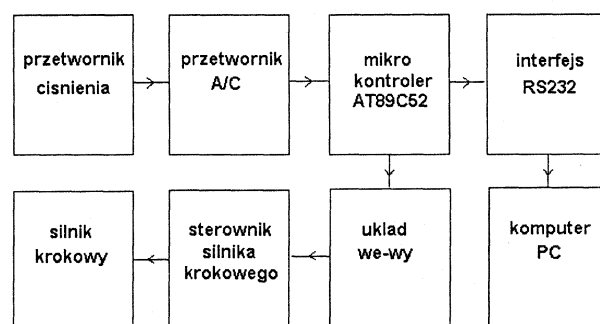


Rys. 1 Schemat blokowy części mechanicznej przyrządu



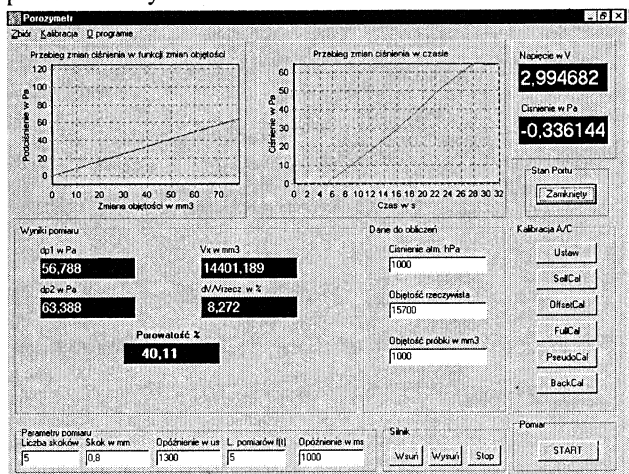
Rys. 2 Widok stanowiska pomiarowego

Schemat blokowy części elektrycznej przyrządu pokazano na rys.3.



Rys. 3. Schemat blokowy części elektrycznej przyrządu

Głównym elementem tej części przyrządu jest mikrokontroler AT89C52 wyposażony w interfejs RS232 oraz 24 bitowy przetwornik A/C typu delta-sigma. Do wejścia przetwornika jest podłączony różnicowy przetwornik ciśnienia. Za pomocą interfejsu RS232 mikrokontroler komunikuje się z komputerem nadrzędnym typu PC, odbierając od niego rozkazy sterujące procesem pomiaru. Wśród rozkazów można wyróżnić polecenia służące do sterowania, poprzez sterownik, liniowym silnikiem krokowym, polecenia konfiguracyjne i kalibrujące przetwornik A/C a także polecenia wykonania pomiaru ciśnienia i przesłania wyników pomiaru do komputera nadrzędnego. Procesem pomiaru steruje program pracujący w środowisku Windows umożliwiający pełną automatyzację procesu pomiarowego co pozwala na zwiększenie powtarzalności wyników pomiaru. Wygląd panelu programu sterującego procesem pomiaru przedstawia rys.4



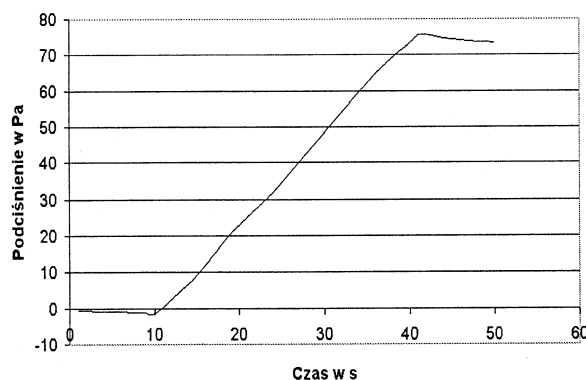
Rys.4 Panel programu sterującego procesem pomiaru

Proces pomiaru składa się z dwóch etapów. W etapie pierwszym z "pustej" komory pomiarowej jest wysuwany tłok o zadaną wartość przemieszczenia. Wartość tego przemieszczenia można ustawić programowo w zależności od cech badanej próbki takich jak: jej wielkość, oczekiwana wartość porowatości itd. Podczas wysuwu tłoka mierzony jest skok ciśnienia w komorze pomiarowej  $\Delta p_1$ . Wartość skoku ciśnienia jest wyświetlana w postaci cyfrowej a także na dwóch wykresach: w funkcji czasu i przemieszczenia tłoka. Rozpoczęcie pierwszego etapu następuje automatycznie po wciśnięciu klawisza "START" na panelu wirtualnym przyrządu pomiarowego.

Po pomiarze tłok jest automatycznie wsuwany do położenia początkowego. W etapie drugim, po umieszczeniu badanej próbki w komorze pomiarowej, procedura pomiarowa z etapu pierwszego jest powtarzana, przy czym obliczana jest wartość  $\Delta p_2$ . Zmiana objętości  $\Delta V$  jest w obu etapach taka sama. Po zakończeniu drugiego etapu na podstawie wyznaczonych wartości skoków ciśnień wyznaczana jest, przy założeniu stałości temperatury, porowatość próbki ze wzoru (5).

## WYNIKI WSTĘPNYCH POMIARÓW

Celem wstępnych pomiarów było wykrycie źródeł niedokładności pomiaru porowatości w celu ich likwidacji lub minimalizacji ich wpływu na końcowy wynik pomiaru. Jednym z wykrytych zjawisk jest zjawisko płynięcia ciśnienia powietrza po zamknięciu obu zaworów. Wywołane jest ono różnymi charakterystykami cieplnymi komory pomiarowej i zbiornika odniesienia m.in różną pojemnością cieplną i zdolnością do pobierania i oddawania ciepła. Zjawisko to jest uwidocznione na przykładowym przebiegu podciśnienia powietrza w komorze w funkcji czasu zmierzonym przy pustej komorze pomiarowej przy wysuwaniu tłoka. Przebieg ten jest przedstawiony na rys. 5

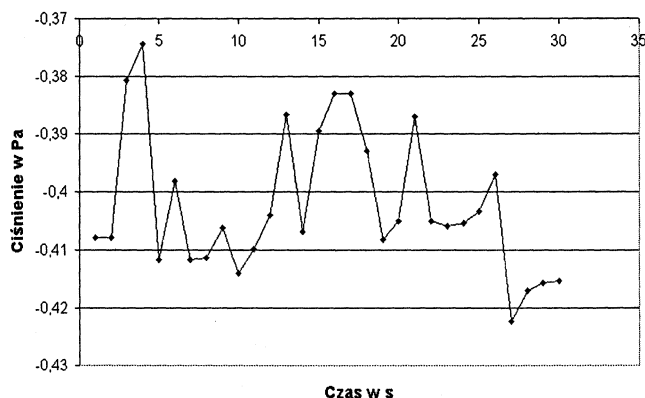


Rys.5 Przebieg podciśnienia powietrza dla "pustej" komory

Jak widać z rysunku 5 proces wysuwania tłoka rozpoczął się po 10 sekundach od rozpoczęcia procesu pomiarowego i zakończył po 40 sekundach. Przed rozpoczęciem i po zakończeniu procesu wysuwania tłoka widać niewielkie zmiany ciśnienia powietrza. W wyniku licznych pomiarów stwierdzono, że przebieg tego płynięcia ma charakter liniowy co umożliwiło minimalizację wpływu tego zjawiska na wynik pomiaru poprzez wprowadzenie do programu komputerowego procedury aproksymacyjnej. Procedura ta, wykorzystując metodę najmniejszych kwadratów, aproksymuje odcinek przebiegu ciśnienia powietrza od chwili rozpoczęcia procesu pomiaru, do chwili w której rozpoczyna się proces wysuwania tłoka. Wynikiem procedury jest równanie prostej obrazującej płynięcie ciśnienia w czasie. Na podstawie tego równania jest wyznaczana hipotetyczna wartość ciśnienia powietrza w chwili odpowiadającej maksymalnemu wysunięciu tłoka. Wartość ta jest odejmowana od wartości ciśnienia odpowiadającej maksymalnemu wysunięciu tłoka otrzymanej w wyniku pomiaru. Pozwala to zminimalizować opisanego wpływ zjawiska na końcowy wynik pomiaru. W czasie wstępnych pomiarów sprawdzono również stabilność toru przetwarzającego sygnał z czujnika ciśnienia w skład którego wchodzi: przetwornik ciśnienia, przetwornik A/C, komputer PC. Stabilność tą oszacowano na podstawie przebiegów wartości napięcia wyjściowego proporcjonalnego do ciśnienia w komorze, odebranego przez interfejs RS232 i komputer PC. Przykładowy przebieg przedstawiono na rys.5 W wyniku pomiaru otrzymano, że sygnał napięciowy jest stabilny na poziomie setnych części miliwolta. Oznacza to, że możliwe jest uzyskanie stabilnego wyniku pomiaru ciśnienia

powietrza w komorze pomiarowej o rozdzielczości sięgającej 0,05 Pa. Uznano to za wartość wystarczającą do poprawnego działania przyrządu. W drugiej części wstępnych badań wykonano przyrządem szereg pomiarów objętości ciał o znanej objętości.

Jako ciała o znanej objętości, użyto dwóch walców ze szkła organicznego objętościami  $15806,72 \text{ mm}^3 \pm 97,26 \text{ mm}^3$  przy  $k=2$  (dla poziomu istotności  $\alpha=0,05$ ) i  $47157,35 \text{ mm}^3 \pm 207,64 \text{ mm}^3$  przy  $k=2$ . Wyniki pomiarów dla mniejszego walca przedstawiono w tabeli 1, dla większego w tabeli 2.



Rys.5 Stabilność toru do pomiaru ciśnienia powietrza

Tabela 1 Pomiar objętości walca o objętości  $15806,72 \text{ mm}^3$

Lp.	$\Delta p_1$	$\Delta p_2$	$V_x$	A
	Pa	Pa	$\text{mm}^3$	%
1	91,55	104,23	16711,00	-5,72
2	92,13	105,22	16964,28	-7,32
3	91,71	103,97	16150,50	-2,17
4	91,77	104,60	16797,50	-6,26
5	91,65	104,91	17321,01	-9,58

Tabela 2 Pomiar objętości walca o objętości  $47157,35 \text{ mm}^3$

Lp.	$\Delta p_1$	$\Delta p_2$	$V_x$	A
	Pa	Pa	$\text{mm}^3$	%
1	57,96	89,71	47901,00	-1,57
2	58,36	89,73	47007,81	0,31
3	58,02	89,55	47601,71	-0,94
4	58,12	89,48	47306,38	-0,31
5	58,07	89,36	47300,37	-0,30

W tabelach 1 i 2 wartości  $\Delta p_1$  i  $\Delta p_2$  oznaczają wartości skoku podciśnienia odpowiednio dla "pustej" komory i komory z umieszczonym w niej walcem. Wartości otrzymanych, w wyniku pomiaru, objętości przedstawiono w kolumnie  $V_x$ . Wartości w ostatniej kolumnie tabel 1,2 zostały policzone według wzoru:

$$A = \frac{V_x - V_r}{V_r} 100\% \quad (6)$$

gdzie:

$V_x$  - estymata objętości walców otrzymana w wyniku pomiaru

$V_r$  - estymata znanej objętości walców

## WNIOSKI

Przyrząd umożliwia wyznaczenie objętości ciała stałego w próbce, a na tej podstawie określenie porowatości badanej próbki. Umożliwia on także, po podaniu masy całkowitej próbki, wyznaczenie gęstości rzeczywistej ciała stałego w próbce. Konieczne są dalsze prace mające na celu wyznaczenie klasy dokładności przyrządu a także określenie źródeł niedokładności pomiaru.

## LITERATURA

1. Carlos A., Leon y Leon: *New Perspectives in mercury porosimetry*, Advances in Colloid and Interface Science, 1998, s.346-372
2. Champoux Y., Stinson M. R., Daigle G. A.: *Air-based system for the measurement of porosity*, J.Acoust. Soc. Am., Ottawa, 1991, s.910-916
3. Gong R. H., Newton A.: *Image-analysis Techniques, Part I: The Measurement of Pore-size Distribution*, Journal Textile. Institute, 1992, s. 910 - 916
4. Grant Promotorski: *Porowatość płaskich wyrobów włókienniczych*, kierownik Gniotek K., KBN 8T10C03820
5. Hilfer R.: *Transport and Relaxation Phenomena in Porous Media*, Adv.Chem.Phys., 1995, tom 92
6. Howard J., Kenyon W.: *Determination of pore size distribution in sedimentary rocks by proton nuclear magnetic resonance*, Marine and petroleum geology, tom 9, 1992, s.139
7. Leśnikowski J.: *Metody pomiaru porowatości materiałów włóknistych*, materiały konferencyjne XXVIII Międzynarodowej Konferencji Metrologów, Częstochowa, 1996, t.2, s.13-17.
8. Neuman C. H.: *Neutron Scattering for Porosity Determination*, IEEE Transactions on Nuclear Science, 1988.

Artykuł recenzowany.