

05.11.13

ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ СИСТЕМА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ДИФфуЗИИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ В ИЗДЕЛИЯХ ИЗ КАПИЛЛЯРНО-ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

В.П. Беляев¹, Л.Г. Варепо², П.С. Беляев¹, А.Г. Дивин¹

¹ ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный технический университет» (ТГТУ), г. Тамбов

² ФГБОУ ВО «Омский государственный технический университет» (ОмГТУ), г. Омск

Актуальной задачей современного приборостроения в области исследования способности пористых материалов к транспорту распределенных в твердой фазе веществ является разработка методов и средств неразрушающего контроля изделий. Они позволяют определять характеристики массопереноса непосредственно в готовых изделиях, т.к. не требуют подготовки специальных образцов заданной конфигурации и размеров, характерных для большинства используемых методов и устройств. Цель настоящего исследования – разработка информационно-измерительной системы, обеспечивающей повышение производительности исследований диффузии полярных растворителей в пористых средах. Информационно-измерительная система предназначена для реализации методов неразрушающего контроля коэффициента диффузии в тонколистовых и массивных изделиях из изотропных и анизотропных пористых материалов при одностороннем доступе к плоским поверхностям изделий заданных размеров. Представлены структурная схема информационно-измерительной системы, виртуальная панель управления экспериментом, поточная диаграмма осуществления измерительных операций разработанных методов, результаты апробации системы.

Ключевые слова – неразрушающий контроль, коэффициент диффузии, изделия из пористых материалов, информационно-измерительная система.

ВВЕДЕНИЕ

Для контроля состава и свойств природной среды, веществ, материалов и изделий все большее распространение получают методы неразрушающего контроля (НК), которые обеспечивают не только сохранность подлежащих контролю изделий, но и более высокую производительность исследований. Например, в теплофизических исследованиях широко применяются высокопроизводительные импульсные методы измерения теплопроводности, коэффициента температуропроводности и теплоемкости, реализующие тепловые воздействия на объекты контроля в виде нагреваемых линий [1], плоских поверхностей [2], кругов [3] и других конфигураций. В области контроля характеристик массопереноса такие методы и реализующие их устройства разработаны в значительно меньшей степени. Причинами такого положения дел являются две особенности:

– сложность измерения концентраций диффундирующих веществ в строго локализованных точках исследуемых пористых тел, по сравнению с измерением локальных значений температуры [4];

– необходимость индивидуальной градуировки применяемых преобразователей локальной концентрации по каждому новому исследуемому пористому материалу и диффундирующему веществу [5], которая практически полностью исключает обеспечение

оперативности контроля, т.к. осуществляется в течение десятков часов.

В настоящее время известны несколько методов и устройств, обеспечивающих измерение коэффициента диффузии при реализации импульсных воздействий дозой диффундирующего вещества:

1) точечного импульсного воздействия [6], предусматривающего выполнение предварительной градуировки гальванического преобразователя концентрации;

2) точечного импульсного воздействия – для определения коэффициента диффузии в изделиях из тонколистовых [7] и массивных [8] изотропных пористых материалов;

3) линейного импульсного воздействия – для определения искомого коэффициента в изделиях из тонколистовых [9] и массивных [10] анизотропных пористых материалов.

Последние две группы методов не нуждаются в предварительной градуировке применяемого преобразователя концентрации диффундирующего вещества, а, значит, могут обеспечить более высокую производительность контроля. Для повышения оперативности исследований коэффициента диффузии при реализации данных методов целесообразно использовать информационно-измерительную систему (ИИС).

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Поставлена задача разработать информационно-измерительную систему, обеспечивающую автоматизированное проведение эксперимента, измерение и регистрацию в режиме реального времени необходимой экспериментальной информации и расчет по разработанным алгоритмам искомого коэффициента диффузии растворителей. Для достижения цели необходимо решить следующие задачи:

- разработать структурную схему ИИС;
- разработать алгоритм функционирования и программное обеспечение экспериментального образца ИИС;
- провести испытание экспериментального образца ИИС;
- провести сравнение теоретических оценок погрешности измерения коэффициента диффузии с результатами экспериментальных исследований.

АЛГОРИТМ ФУНКЦИОНИРОВАНИЯ ИИС И СОСТАВ ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ

Информационно-измерительная система комплектуется двумя типами измерительных устройств [11]:

- № 1 с точечным источником дозы растворителя – для измерения коэффициента диффузии в изделиях из тонколистовых и массивных изотропных пористых материалов;
- № 2 с линейным источником дозы растворителя – для измерения коэффициента диффузии в изделиях из тонколистовых и массивных анизотропных пористых материалов.

ИИС включает в свой состав (рис. 1):

- измерительное устройство 1 с точечным или линейным источниками растворителя мощностью W , и электродами 2, 3 трех пар гальванических преобразователей локальной концентрации растворителей в исследуемом пористом материале 7, расположенными на расстоянии 3, 4 и 5 мм от точки или линии нанесения импульсного воздействия [11];
- коннектор 4, входящий в состав измерительных устройств 1, к которому подключены электроды гальванических преобразователей 2, 3;
- многофункциональная плата 5 сбора данных PCI-1202H фирмы ISP DAS (Тайвань);
- персональный компьютер 6.

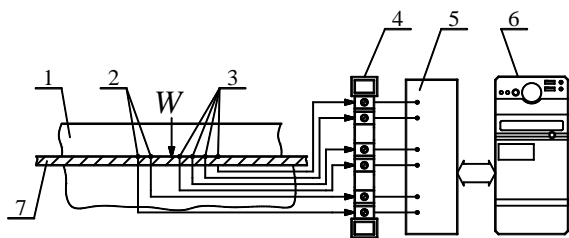


Рис. 1. Структурная схема информационно-измерительной системы

Многофункциональная плата сбора данных 5 имеет в своем составе АЦП, ЦАП и дискретный выход для формирования управляющего сигнала. Она размещается в слоте PCI персонального компьютера.

Аналоговый мультиплексор разработанной ИИС подключает к усилителю платы 5 поочередно один из трех гальванических преобразователей представленных выше измерительных устройств. АЦП формирует цифровые эквиваленты входных сигналов, которые в соответствии с разработанным алгоритмом подвергаются сглаживанию, фильтрации и обработке. Программа управления экспериментом, обработки экспериментальных данных и их визуализации разработана по технологии фирмы National Instruments в среде LabView.

Последовательность осуществления измерительных операций разработанных методов имеет включает подготовительную часть, выполняемую перед началом исследования изделий из нового класса материалов, и основную – при реализации поточного контроля изделий из выбранного класса материалов. Подготовительная часть включает следующие операции:

1. Определение плотности образца рассматриваемого класса материалов ρ_0 в сухом состоянии.
2. Выдержка образца рассматриваемого класса материалов в атмосфере насыщенных паров растворителя при заданной температуре контроля. Определение равновесной концентрации растворителя U_p и максимального сигнала гальванического преобразователя E_p , соответствующего данной концентрации растворителя в ПМ.

Последовательность осуществления измерительных операций разработанных методов при неразрушающем контроле партии изделий приведена в таблице 1.

Таблица 1
Последовательность осуществления измерительных операций

| № | Содержание операции |
|---|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1 | Выдержка изделия при заданной упругости паров растворителя для создания требуемого начального распределения растворителя в нем U_0 в течение заданного времени. При использовании «сухого» материала (в отсутствие распределенного растворителя) – без предварительной выдержки. |
| 2 | Выбор и подключение измерительного устройства № 1, реализующего точечное импульсное воздействие, или № 2, реализующего линейное импульсное воздействие |
| 3 | Ввод исходных параметров ρ_0 , U_p , E_p , r_{0i} или x_{ci} – соответственно расстояние до точки или линии нанесения импульса ($i=1, 2, 3$) и др., необходимых для работы ИИС. |
| 4 | Расчет требуемой дозы растворителя точечного источника для контроля коэффициента диффузии в тонколистовых или массивных изделиях из изотропных пористых материалов согласно [7,8]. Расчет требуемой дозы линейного источника для измерения искомого коэффициента в тонколистовых или массивных изделиях из анизотропных пористых материалов согласно [9,10]. |

| | |
|----|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 5 | Размещение на поверхности контролируемого изделия устройства с импульсным точечным или линейным источником массы в случае исследования массивных изделий. При использовании тонколистовых изделий предварительное размещение изделия на изолирующей подложке. |
| 6 | Измерение начальных значений электродвижущей силы (ЭДС) гальванических преобразователей. |
| 7 | Импульсное точечное или линейное «увлажнение» поверхности исследуемого материала заданной порцией растворителя из дозатора с одновременным запуском работы ИИС. |
| 8 | Автоматическое измерение и регистрация значений ЭДС гальванических преобразователей в режиме реального времени. |
| 9 | Определение момента времени достижения максимума ЭДС гальванического преобразователя на расстоянии r_0 или x_c от источника и расчет значений искомого коэффициента диффузии. |
| 10 | Сохранение первичных экспериментальных данных и результатов расчетов в базе данных. |
| 11 | Текстовое и звуковое сообщение об окончании эксперимента. |

Программа, реализующая методику проведения эксперимента и обработку экспериментальных данных, разработана в среде LabView и основана на использовании шаблона Standard State Machine и структуры Case из библиотеки функций. Такая конфигурация программы позволяет последовательно осуществлять измерительные операции, представленные в таблице 1 и реализуемые подпрограммами, размещенными на вкладках вышеназванной структуры.

На первом этапе эксперимента, соответствующего первой вкладке структуры Case происходит выбор вида исследуемого изделия: из тонколистового или массивного КПМ, выбор вида импульсного воздействия, инициализация используемых переменных и ввод констант, а также конфигурирование измерительных каналов платы сбора данных, к аналоговым входам которой через согласующие устройства подключены три первичных измерительных преобразователя (сенсора). На рис. 2 представлена панель управления экспериментом на первом этапе.



Рис. 2. Панель управления экспериментом на первом этапе

На этом этапе эксперимента оператор вводит следующую информацию: 1) фамилию, имя и отчество исследователя (поле «Researcher»); название материала («Material»), расстояния « r_0 sensor_1», « r_0

sensor_2» и « r_0 sensor_3» от датчиков до точки или линии воздействия дозой растворителя на образец (см. рис. 2), плотность исследуемого материала ρ_0 в сухом состоянии, равновесную концентрацию растворителя U_p и максимальный сигнал гальванического преобразователя E_p , соответствующий данной концентрации растворителя в пористом материале. Информация о дате и времени определяется автоматически, но оператор может скорректировать эти параметры, определяемые программой.

После ввода данных программа рассчитывает для каждого сенсора рациональное значение дозы растворителя, которое необходимо ввести в виде точечного или линейного импульса массы. Выбирается значение дозы растворителя для выбранного сенсора (с заданным значением r_0 или x_c). В дозатор заливается требуемое количество растворителя. На этом подготовка к активной части эксперимента заканчивается.

Для начала эксперимента следует нанести импульс дозой растворителя в заданную точку или вдоль прямой линии на поверхности контролируемого изделия и нажать кнопку «Start», после чего структура Case программы перейдет на вкладку «2» и при этом можно наблюдать на экране графического индикатора за изменением во времени сигнала датчиков. В это время происходит регистрация измерительной информации в двумерный массив, в каждой строке которого расположены три значения ЭДС сенсоров и одно значение времени. Причем, ЭДС сенсоров представляется в относительных единицах к максимальному сигналу гальванического преобразователя E_p . После того как ЭДС датчиков начнет уверенно уменьшаться, следует остановить эксперимент кнопкой «Stop», что вызовет автоматический переход на вкладку Tab Control лицевой панели «Calculation» и вкладку «3» структуры Case. На этой вкладке размещена подпрограмма обработки экспериментальных данных и расчета коэффициента диффузии исследуемого материала для каждого сенсора. Обработка данных включает в себя определение состояния возможного насыщения сенсора, т.е. превышение концентрацией в точке контроля порога чувствительности сенсора, или нахождение времени достижения максимума, если насыщения не происходит. Контроль насыщения основан на использовании условия:

$$\partial E_i(\tau) / \partial \tau \leq \varepsilon,$$

где E_i – ЭДС i -го сенсора, τ - время, ε - порог, значение которого соответствует минимуму производной $\partial E_i(\tau) / \partial \tau$, характерному для начала насыщения. В случае отсутствия насыщения сенсора вычисляется коэффициент диффузии исследуемого материала.

После этого оператор нажимает кнопку «Stop» и далее программа предлагает либо начать новый экс-

перимент, либо выйти из программы. На рис. 3 представлена панель управления после завершения эксперимента.

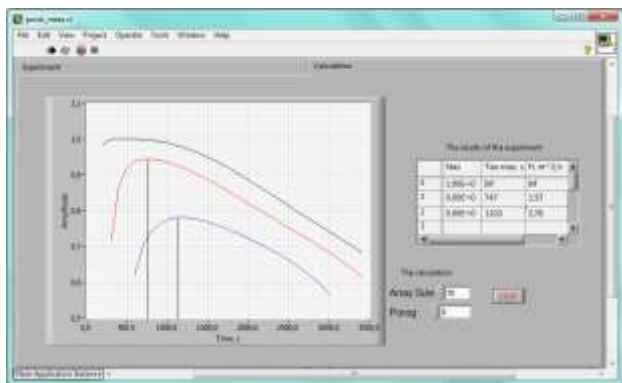


Рис. 3. Панель управления после завершения эксперимента

При отсутствии предварительной информации о значениях ρ_0 и U_p доза растворителя выбирается оператором в результате проведения пробных опытов. На основании изменения сигналов всех сенсоров принимается решение о последующем изменении вносимой дозы растворителя, чтобы добиться достижения максимума ЭДС выбранного гальванического преобразователя в рабочем диапазоне его статической характеристики.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Информационно-измерительная система, укомплектованная двумя типами измерительных устройств апробирована на ряде изделий из пористых материалов, в том числе с явно выраженной анизотропией свойств. На рис. 4 в качестве примера представлены результаты двадцатикратных измерений коэффициента диффузии этанола в пеногипсобетоне плотностью в сухом состоянии 600 кг/м^3 при $r_0=4 \text{ мм}$, полученные с использованием измерительного устройства № 1 для изотропных пористых материалов, оснащенного точечным импульсным устройством.

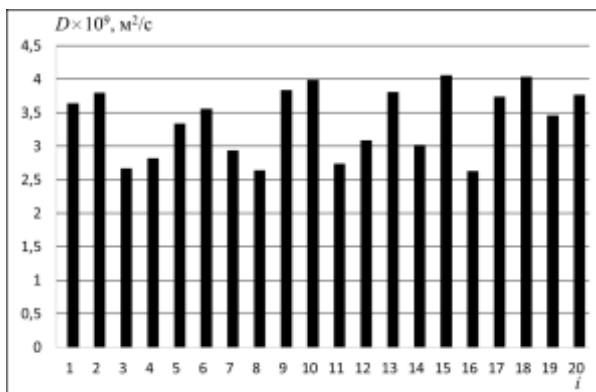


Рис. 4. Результаты контроля коэффициента диффузии этанола в пеногипсобетоне

На рис. 5 в качестве примера представлены результаты двадцатикратных измерений коэффициента диффузии влаги в машинном и поперечном направлениях бумаги типа «Tissue» толщиной $\sim 0,1 \text{ мм}$ при $x_c=4 \text{ мм}$, полученные с использованием измерительного устройства № 2, оснащенного линейным импульсным устройством.

В настоящее время нет возможности оценить систематическую составляющую погрешности в связи с отсутствием эталонных материалов для рассматриваемого класса систем пористый материал – растворитель, поэтому авторами производилась оценка случайной составляющей погрешности. Относительная погрешность результата измерения определялась следующим образом:

$$\delta_{\Sigma} = t_{\alpha,n} S_n / (\bar{D} \sqrt{n}),$$

где $S_n = \sqrt{\sum_{i=1}^n (D_i - \bar{D})^2 / (n-1)}$ - среднеквадратическая

погрешность отдельного измерения, \bar{D} - математическое ожидание случайной величины; $t_{\alpha,n}$ - коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности α и количестве измерений n .

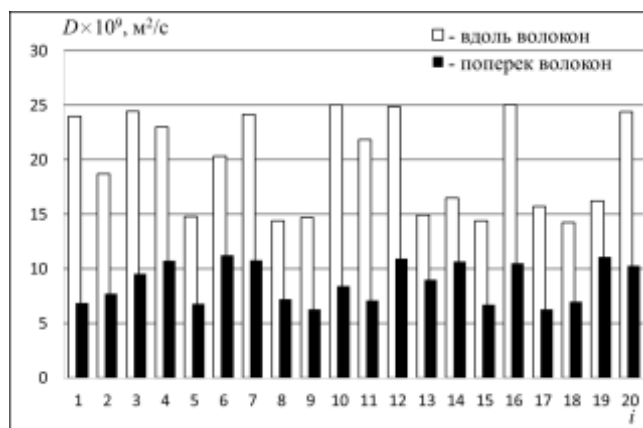


Рис. 5. Результаты контроля коэффициента диффузии влаги в бумаге

Проведенные экспериментальные исследования показали, что случайная погрешность определения коэффициента диффузии при доверительной вероятности 0,95 не превышала 6 - 9% для изотропных материалов и 8 - 13% – для анизотропных. Длительность эксперимента порядка 12 – 70 минут. При этом экспериментально найденные значения случайной погрешности определения искомого характеристики не превосходили предварительно полученных теоретических оценок [7-10]. Оценка сопоставимости результатов исследований с использованием разработанной ИИС и данных по искомому коэффициенту диффузии, полученными другими апробированными методами [12, 13], выявили расхождение в пределах 8 – 17 %.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представленная информационно-измерительная система может быть использована для неразрушающего контроля коэффициента диффузии в 4 - х типах изделий из пористых материалов, имеющих достаточный по размерам плоский участок конструкции для размещения измерительного устройства соответствующего типа:

1) массивных с изотропной структурой (например, строительные панели из гипса и композитов, плоские пористые теплоизоляторы, блочные пористые сорбенты и пр.);

2) массивных с анизотропной структурой (например, композитные панели с ориентированной волокнистой структурой и т.п.);

3) тонколистовых с изотропной структурой (например, различные сорта бумаги, ткани, листовые пористые сорбенты);

4) в различных направлениях тонколистовых изделий с анизотропной структурой (например, с ориентированной волокнистой структурой).

Структура ИИС, алгоритмическое и программное обеспечение позволяет быстро перенастраивать систему на исследование каждого типа изделий. Разработанные алгоритмы ИИС позволяют быстро рассчитывать дозы вносимого при импульсном воздействии растворителя, обеспечивающие работу применяемого гальванического преобразователя в рациональном диапазоне его статической характеристики. ИИС апробирована на ряде изделий из пористых материалов, в том числе с явно выраженной анизотропией свойств. Она обеспечивает сравнительно быстрое определение искомого коэффициента диффузии без разрушения контролируемых изделий.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Selivanova Z.M., Khoan T.A. Increasing the accuracy of data-measuring systems for the nondestructive testing of the thermal properties of solids // *Measurement Techniques*. 2015. V. 58. No 9. P. 1010–1015.
2. Gurov A.V., Sosedov G.A., Rodina A.E., Ponomarev S.V. The choice of the Optimum Conditions for Measuring the Thermal Properties of Materials by the Plane "Instantaneous" Heat Source Method // *Measurement Techniques*. 2013. V. 55. No 10. P. 1187.
3. Gromov Y. Y., Churikov A. A., Divin A. G., Ishchuk I. N., Barkalov S. A. Hardware and software system for thermal control // *Journal of Engineering Science and Technology Review*. 2016. V. 9. No 6. P. 135–141.

4. Mishchenko S.V., Belyaev P.S., Gladkikh V.A., Safronova E.N. Effective Diffusion Coefficient of Active Solvents in Composite Polymeric Materials // *Drying Technol.* 1999. Vol. 17. No 10. Pp. 2151–2167.

5. Мищенко С.В., Беляев П.С., Фролов А.П. Определение локальных значений содержания жидкой фазы в дисперсных материалах // *Метрология*. 1988. № 8. С.55–61.

6. Мочалин С.Н., Исаева И.Н., Пономарев С.В. Выбор оптимальных условий измерения характеристик влагопереноса в тонколистовых капиллярно-пористых материалах методом «мгновенного» источника влаги // *Вестник Тамбовского государственного технического университета*. 2010. Т. 16. № 3. С. 533 – 545.

7. Belyaev V.P., Mishchenko S.V., Belyaev P.S. Selecting Optimal Operating Parameters for Measuring the Solvent Diffusion Coefficient in Non-Destructive Testing of Products Made from Capillary-Porous Materials // *Measurement Techniques*. 2015. V. 58. No 5. P. 574–579.

8. Belyaev V.P., Mishchenko S.V., Belyaev P.S. Implementation of Nondestructive Testing of Massive Products in Measuring the Diffusivity of Solvents // *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*. 2017. V. 90. No 3. Pp. 697–704.

9. Belyaev V.P., Mishchenko S.V., Belyaev P.S. Determination of the Diffusion Coefficient in Nondestructive Testing of Thin Articles of Anisotropic Porous Materials // *Measurement Techniques*. July, 2017, Vol. 60. No 4, pp. 392-398. DOI 10.1007/s11018-017-1208-1.

10. Belyaev, V. P., Mishchenko, S. V., & Belyaev, P. S. (2018). Method of non-destructive control of the solvent diffusion coefficient in products made from anisotropic porous materials // *Journal of Physics: Conference Series* 1050(1) doi:10.1088/1742-6596/1050/1/012010.

11. Belyaev, V. P., Mishchenko, S. V., Belyaev, P. S., & Belousov, O. A. (2018). Methods and devices of non-destructive solvent diffusion coefficient control in products made from capillary-porous materials // *AIP Conference Proceedings*, 2007. doi:10.1063/1.5051947.

12. Рудобахта С.П. Массоперенос в системах с твердой фазой. М.: Химия, 1980. 248 с.

13. Scheffler G. A., Plagge R. Methods for moisture storage and transport property determination of autoclaved aerated concrete // *Art. submitted 5th Int. Autoclaved Aerated Concrete Conf.*, 2011. Bydgoszcz. Pp. 337– 350.

Беляев Вадим Павлович, кандидат технических наук, belvpr8@rambler.ru, Россия, Тамбов, Тамбовский государственный технический университет

Варепо Лариса Григорьевна, доктор технических наук, профессор, larisavarepo@yandex.ru, Россия, Омск, Омский государственный технический университет,

Беляев Павел Серафимович, доктор технических наук, профессор, bps800@yandex.ru, Россия, Тамбов, Тамбовский государственный технический университет,

Дивин Александр Георгиевич, доктор технических наук, профессор, agdv@yandex.ru, Россия, Тамбов, Тамбовский государственный технический университет

DATA MEASURING SYSTEM TO DETERMINE THE SOLVENT DIFFUSION COEFFICIENT IN PRODUCTS FROM CAPILLARY-POROUS MATERIALS

V.P. Belyaev¹, L.G. Varepo², P.S. Belyaev¹, A.G. Divin¹

¹ Tambov State Technical University (TSTU), Tambov,

² Omsk State Technical University (OmSTU), Omsk

The development of methods and means for non-destructive product testing is the current task of modern instrument-making in the study field of porous materials ability to transport the substances distributed in a solid phase. They allow one to determine the characteristics of mass transfer directly in the finished product, because they do not require the preparation of special samples of a given configuration and size, typical for most of the used methods and devices. The aim of this study is to develop data measuring system that improves the performance of studies of polar solvents diffusion in porous media. The data measuring system is designed to implement methods of the solvents diffusion coefficient control in fine and bulk products from isotropic and anisotropic porous materials with one-way access to flat surfaces of specified size products. The schematic of the data measuring system, virtual surface for experiment control, the flow chart for the measurement operations of the developed methods, the results of testing the system are given.

Keywords: non-destructive testing, diffusion coefficient, capillary-porous products, data measuring system

REFERENCES

1. Selivanova Z M, Khoan T A 2015 *Measurement Techniques* **58** (9) pp 1010–1015
2. Gurov A V, Sosodov G A, Rodina A E, Ponomarev S V 2013 *Measurement Techniques* **55** (10) pp 1187
3. Gromov Y Y, Churikov A A, Divin A G, Ishchuk I N, Barkalov S A 2016 *Journal of Engineering Science and Technology Review* **9** (6) pp 135-141
4. Mishchenko S V, Belyaev P S, Gladkikh V A, Safronova E N 1999 *Drying Technol* **17** (10) pp 2151-2167
5. Mishchenko S V, Belyaev P S, Frolov A P 1988 *Metrology* **8** pp 55–61 (In Russian)
6. Mochalin S N, Isaev I N, Ponomarev S V 2010 *Transactions of Tambov State Technical University* **16** (3) pp 533–545 (In Russian)
7. Belyaev V P, Mishchenko S V, Belyaev P S 2015 *Measurement Techniques* **58** (5) pp 574–579
8. Belyaev V P, Mishchenko S V, Belyaev P S 2017 *Journal of Engineering Physics and Thermophysics* **90** (3) pp 697–704
9. Belyaev V P, Mishchenko S V, Belyaev P S 2017 *Measurement Techniques*. **60** (4) pp 392–398. DOI 10.1007/s11018-017-1208-1
10. Belyaev V P, Mishchenko S V, Belyaev P S 2018 *Journal of Physics: Conference Series* **1050** (1) doi:10.1088/1742-6596/1050/1/012010
11. Belyaev V P, Mishchenko S V, Belyaev P S, Belousov O A 2018 *AIP Conference Proceedings* **2007** doi:10.1063/1.5051947
12. Rudobashta S.P. Mass transfer in solid phase systems. M.: Chemistry, 1980. 248 p
13. Scheffler G A, Plagge R (2011) Methods for moisture storage and transport property determination of autoclaved aerated concrete, *Art. submitted 5th Int. Autoclaved Aerated Concrete Conf.*, 2011 Bydgoszcz pp 337–350

Belyaev Vadim Pavlovich, Ph.D. of technical science, belvp8@rambler.ru, Russia, Tambov, Tambov State Technical University,

Varepo Larisa Grigorievna, doctor of technical science, professor, larisavarepo@yandex.ru, Russia, Omsk, Omsk State Technical University,

Belyaev Pavel Serafimovich, doctor of technical science, professor, bps800@yandex.ru, Russia, Tambov, Tambov State Technical University

Divin Alexander Georgievich, doctor of technical science, professor, agdv@yandex.ru, Russia, Tambov, Tambov State Technical University