

рядку), ніж у неупорядкованого розплаву. Згадані кластери є прекурсорами зародків кристалізації.

Базуючись на фрактальному уявленні про процеси кристалізації, можна ствердити, що реперний евтектичний розплав при близьких до кристалізації, температурах являтиме собою суміш взаємнопроникаючих фрактальних кластерів. Взаємне проникнення, зумовлене топологічними особливостями фрактала, спричиняє проходження фазового переходу за механізмом контактного плавлення (відповідно і для кристалізації).

Основні експериментальні факти

Факт стійкого співіснування в розплаві областей, що розрізняються за складом та будовою. Близькість експериментальних металографічних зображень перетинів закристалізованої системи та отриманих при модельній кристалізації фрактального кластера. Стійкість полочки кристалізації при невеликому відхиленні вмісту компонентів у розтопі від евтектичної концентрації.

Контроль відтворюваності показів

Враховуючи те, що використання евтектичного репера пропонується проводити з частотою (інтенсив-

ністю), вищою, ніж це практикується для використовуваних реперів, – було б доцільним спроектувати додаткові методи повірки стабільності роботи самого репера. Доцільно через визначену кількість циклів роботи проводити перевірку репера, використовуючи високоточний термоперетворювач, повірений на стаціонарному стандартизованому репері та проводити порівняння вихідного і наступних спектрів сигналів акустичної емісії, продукованих використанням розтопом під час фазового переходу. Доцільність використання вказаних методик зумовлена необхідністю дешевого неруйнівного (без розборання конструкції) контролю рівня чистоти реперного розплаву.

1. Таран Ю.Н., Мазур В.И. Структура эвтектических сплавов. М., 1978. 2. Флеммингс М. Процессы затвердевания. М., 1977. 3. Эллиот Р. Управление эвтектическим затвердеванием. М., 1987. 4. Edward Fraś. Krystalizacja metali i stopów. Warszawa, 1992. 5. Новиков И.И. М., 1984. 6. Залкин В.М. Природа эвтектических сплавов и эффект контактного плавления. М., 1987. 7. Смирнов Б.М. Физика фрактальных кластеров. М., 1991. 8. Иванова В.С., Баланкин А.С. и др. Синергетика и фракталы в материаловедении. М., 1994.

УДК 532.61

ШЛЯХИ ПІДВИЩЕННЯ ТОЧНОСТІ ТА НАДІЙНОСТІ РОБОТИ ПРИЛАДІВ ДЛЯ ВИМІРЮВАННЯ МІЖФАЗНОГО НАТЯГУ МЕТОДОМ ОБЕРТОВОЇ КРАПЛІ

© Роман Кісіль, 2000

Івано-Франківський державний технічний університет нафти і газу

Здійснено метрологічний аналіз програмно-технічного комплексу ПТК “Сигма”, який призначено для вимірювання міжфазного натягу методом обертової краплі за допомогою удосконаленої методики.

Осуществлен метрологический анализ программно-технического комплекса ПТК “Сигма”, который предназначен для измерения межфазного натяжения методом вращающейся капли при помощи усовершенствованной методики.

The metrological analysis of the program-technical complex PTC “Sigma” is carried out, which is dedicated for measuring of the interface tension by means of spinning drop method using improved methodic.

Широке використання розчинів поверхнево-активних речовин (ПАР) в різних галузях народного господарства дає змогу внаслідок зміни характеристик на таких границях розділу фаз, як рідина - тверде тіло - газ, рідина – рідина, рідина – тверде тіло та рідина – газ отримати такі фізико-хімічні властивості, які сприяють досягненню необхідних якісних параметрів кінцевої продукції на відповідному технологічному процесі.

Важливу роль у цьому відіграють прилади як для вимірювання поверхневого натягу (ПН) на границі розділу рідина – газ, так і для вимірювання міжфазного натягу (МН) на границі розділу двох нерозчинних одна в одній рідин. За допомогою таких приладів можна експериментально визначати компонентний склад розчинів ПАР, а також їх концентрацію в розчинах для досягнення позитивного ефекту від використання ПАР.

Одним із широко розповсюджених методів вимірювання низьких значень МН σ (від 0,001 до 20 мН/м) є метод обертової краплі [1], суть якого полягає в тому, що на основі результатів вимірювання відповідних розмірів обертової краплі і частоти її обертання, а також різниці густин $\Delta\rho$ рідин зовні обертової краплі і самої краплі розраховують значення σ . Нині відомі декілька модифікацій методу обертової краплі, а саме: Воннегута [2], Прінсена [3], Слаттері [4] і Торца [5]. Вказані модифікації відрізняються параметрами обертових крапель, які необхідно вимірювати для подальшого розрахунку на їх основі значення ПН чи МН. Крім цього, як показав метрологічний аналіз методичних похибок цих модифікацій [6], кожна із них може бути рекомендована для різних значень вимірних параметрів обертової краплі.

Методика Воннегута дає змогу отримати методичну похибку, меншу від 0,37% за умови, що відношення довжини обертової краплі $2x_0$ до її діаметра $2y_0$ дорівнюватиме або буде більшим від чотирьох. Із подальшим зростанням вказаного відношення методична похибка методики Воннегута зменшується.

Похибка методики Прінсена не перевищує 0,2% за умови, що відношення довжини обертової краплі $2x_0$ до діаметра кулі $2r$, об'єм якої дорівнює об'єму обертової краплі, буде в діапазоні від 1,12 до 2,2. Із подальшим зростанням вказаного відношення методична похибка Прінсена також зменшується.

Методиці Торца, яка, по суті, аналогічна методиці Прінсена, але придатна для діапазону $2,423 \leq x_0 / r \leq 15,18$; властива похибка, що не є більшою від 0,04%.

Методична похибка методики Слаттері буде не більшою від 0,4% за умови, що довжина обертової краплі порівняно з її діаметром буде більшою або дорівнюватиме чотирьом.

Крім вказаних методичних похибок, кожній із наведених методик методу обертової краплі властиві інші недоліки, які значно ускладнюють їх реалізацію і призводять до значних інструментальних похибок.

Методика Воннегута: для досягнення відношення $x_0 / y_0 \geq 4$ при високих значеннях σ (більше за 1 мН/м) необхідні значні кутові швидкості обертання краплі ω ($\omega \geq 600$ рад/с), що призводить до значних вібрацій, які, своєю чергою, призводять до

значної похибки вимірювання діаметра обертової краплі. Крім цього, під час вказаного вимірювання необхідно враховувати значення коефіцієнта оптичного збільшення M системи: зовнішнє середовище каліброваного капіляра – матеріал стінок капіляра – внутрішнє середовище капіляра (рідина зовні краплі). Цей коефіцієнт може змінюватися від 1,3 до 1,333 [7].

Методика Прінсена: для встановлення значення σ необхідно попередньо визначити радіус кулі r , об'єм якої дорівнює об'єму обертової краплі, що, своєю чергою, здійснити технічно з високою точністю досить складно.

Методика Торца: для встановлення значення σ необхідно визначити радіус r , а для досягнення діапазону відношення $2,423 \leq x_0 / r \leq 15,18$ необхідні значні кутові швидкості обертання краплі ω разом із капіляром, як і при використанні методики Воннегута.

Методика Слаттері: для визначення σ необхідно вимірювати діаметр обертової краплі $2y_0$, на результати вимірювання якого впливають результати попереднього визначення коефіцієнта M , а для досягнення умови $x_0 / y_0 \geq 4$ необхідні значні кутові швидкості ω , що, своєю чергою, призводить до вібрацій обертової краплі разом із вимірювальним капіляром, в якому розміщена крапля.

Крім цього, вимірюють відповідні геометричні розміри обертової краплі протягом певного часу (до 30 с і більше), протягом якого крапля може змінити своє положення в капілярі, що також призведе до похибок в результатах вимірювання цих розмірів.

Отже, на основі вищевказаного, необхідна така методика визначення σ методом обертової краплі, яка б не вимагала значних кутових швидкостей обертання краплі ($\omega \leq 600$ рад/с) для всіх можливих значень МН σ ($0,001 \leq \sigma \leq 20$ мН/м), на результати визначення σ не повинен впливати вказаний вище коефіцієнт M , вимірювання відповідних розмірів обертової краплі здійснювалося б протягом 1 с і менше.

З цією метою була запропонована удосконалена методика визначення МН σ методом обертової краплі [8], суть якої така. Під час обертання краплі вимірюють довжину краплі $2x_0$, кутову швидкість її обертання ω , а також відношення діаметра обертової краплі $2y_1$ на певній віддалі від одного із її кінців (наприклад, на

віддалі $0,1x_0$) до максимального діаметра обертової краплі $2y_0$. Значення міжфазного натягу розраховують за допомогою такої залежності:

$$\sigma = \Delta\rho \cdot \omega^2 \cdot [x_0 / f(y_1 / y_0)]^3, \quad (1)$$

де

$$f(y_1 / y_0) = a_0 + a_1 \cdot (y_1 / y_0) + a_2 \cdot (y_1 / y_0)^2 + a_3 \cdot (y_1 / y_0)^3. \quad (2)$$

Значення коефіцієнтів апроксимаційної залежності (2) є такими: $a_0 = -35,5217$; $a_1 = 173,0161$; $a_2 = -274,2075$; $a_3 = 164,1571$. Залежність (2) отримана для діапазону $1,4808 \leq x_0 / y_0 \leq 6,0448$ і дає змогу виключити вплив коефіцієнта M на значення відношення, оскільки він прямо пропорційно входить як коефіцієнт в чисельник і в знаменник цього відношення. Максимальна абсолютна похибка виразу (2) $\Delta f(y_1 / y_0) = 0,031$ в діапазоні зміни відношення y_1 / y_0 від 0,46 до 0,76; що відповідає вказаному вище діапазону зміни відношення x_0 / y_0 без врахування коефіцієнта збільшення M [8].

Здійснимо порівняльний аналіз методичних похибок залежності (1) тільки від впливу похибки виразу (2) і відомої залежності Воннегута [2]

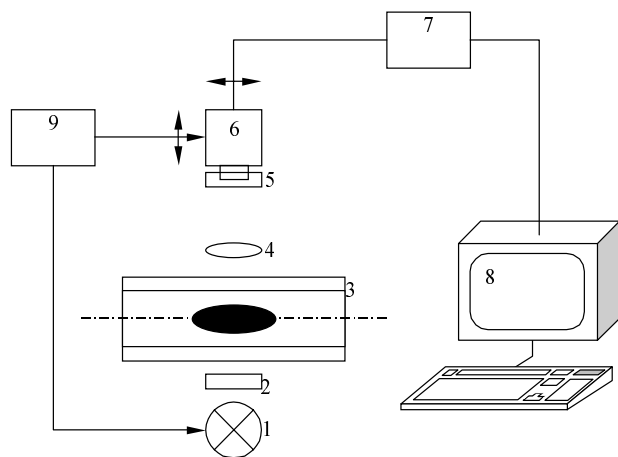


Рис. 1. Структурна схема програмно-технічного комплексу для вимірювання міжфазного натягу:
1 – імпульсне джерело світла, 2 – оптичний фільтр,
3 – капіляр, 4 – мікрооб'єктив,
5 – світлоелектричний перетворювач,
6 – телевізійна камера, 7 – пристрій введення відеосигналу в комп'ютер, 8 – комп'ютер,
9 – вузол переміщення

$$\sigma = \frac{\Delta\rho \cdot \omega^2}{4} \cdot \left(\frac{y_0}{M}\right)^3 \quad (3)$$

тільки внаслідок впливу абсолютної похибки $\Delta M = 0,033$.

Похибки залежностей (1) і (3) від вказаних впливів будуть відповідно такими [9]:

$$\Delta\sigma_{(1)} = \frac{3 \cdot \Delta\rho \cdot \omega^2 \cdot x_0^3}{[f(y_1 / y_0)]^4} \cdot \Delta f(y_1 / y_0), \quad (4)$$

$$\Delta\sigma_{(3)} = \frac{3 \cdot \Delta\rho \cdot \omega^2 \cdot y_0^3}{4M^4} \cdot \Delta M. \quad (5)$$

Для $\Delta\rho = 300$ кг/м³; $\omega = 500$ рад/с; $M = 1,3$; $y_0 = 0,5 \cdot 10^{-3}$ м; $y_1 = 0,35 \cdot 10^{-3}$ м і $x_0 = 1,3 \cdot 10^{-3}$ м отримаємо, що $\Delta\sigma_{(1)} = 0,00476$ мН/м, $\Delta\sigma_{(3)} = 0,0676$ мН/м.

Тобто вказані методичні похибки відрізняються між собою більше ніж на порядок на користь залежності (1). Враховуючи ще вказану раніше методичну похибку залежності Воннегута (0,37 %), яка при переході, згідно з [6], до абсолютної похибки становить $1,68 \cdot 10^{-3}$ мН/м, сумарна методична похибка залежності (3) буде ще більшою. Крім цього, запропонована методика [8] вимірювання МН σ вимагає лише такої кутової швидкості обертання краплі, щоб відношення $x_0 / y_0 \geq 1,48$, що суттєво зменшує вплив вібрацій на поведінку обертової краплі при вимірюванні її розмірів.

З врахуванням вищевказаного, а також з метою суттєвого зменшення часу на вимірювання відповідних геометричних розмірів обертової краплі була розроблена структурна схема (рис. 1) і виготовлений згідно з нею програмно-технічний комплекс ПТК "Сигма" для вимірювання МН, який реалізує запропоновану методику [10].

Час на отримання і занесення в пам'ять ПТК "Сигма" цифрового зображення обертової краплі не перевищує часток секунди, що дає змогу під час визначення МН комплексом ПТК "Сигма" здійснити багаторазові спостереження геометричних розмірів з подальшою їх обробкою за допомогою відповідної програми, що, своєю чергою, дасть змогу підвищити точність і надійність результатів вимірювання відповідних геометричних розмірів обертової краплі.

Для оцінки сумарної похибки комплексу ПТК “Сигма” проаналізовано окремі складові похибок з врахуванням схеми накопичення похибок (рис. 2).

Оцінимо аналітично значення окремих складових сумарної інструментальної похибки $\Delta\sigma_{інстр.}$ за формулою [9]

$$\Delta\sigma_{li} = \left| \frac{\partial\sigma}{\partial l_i} \right| \cdot \Delta l_i, \quad (6)$$

де l – аргумент залежності (1), який відповідає певному параметру її правої частини. Необхідно врахувати, що $\Delta\rho = \rho_1 - \rho_2$, де ρ_1 і ρ_2 – відповідно густина рідкої фази зовні краплі і всередині краплі ($\rho_1 > \rho_2$), а реально вимірюють $\Delta\rho$ за допомогою попередніх вимірювань значень ρ_1 і ρ_2 . З врахуванням цього, а також виразів (1) і (6) отримаємо такі залежності для розрахунку $\Delta\sigma_{li}$:

$$\Delta\sigma_{\rho_1} = \omega^2 \cdot x_0^3 \cdot \Delta\rho_1 / [f(y_1 / y_0)]^3, \quad (7)$$

$$\Delta\sigma_{\rho_2} = \omega^2 \cdot x_0^3 \cdot \Delta\rho_2 / [f(y_1 / y_0)]^3, \quad (8)$$

$$\Delta\sigma_{\omega} = 2 \cdot \omega \cdot \Delta\omega \cdot x_0^3 \cdot (\rho_1 - \rho_2) / [f(y_1 / y_0)]^3, \quad (9)$$

$$\Delta\sigma_{x_0} = 3 \cdot \omega^2 \cdot x_0^2 \cdot \Delta x_0 \cdot (\rho_1 - \rho_2) / [f(y_1 / y_0)]^3, \quad (10)$$

$$\Delta\sigma_{y_1} = 3 \cdot \omega^2 \cdot x_0^3 \cdot (\rho_1 - \rho_2) \times [a_1 + 2a_2(y_1 / y_0) + 3a_3(y_1 / y_0)^2] \times \Delta y_1 / \{ [f(y_1 / y_0)]^4 \cdot y_0 \} \quad (11)$$

$$\Delta\sigma_{y_0} = 3 \cdot \omega^2 \cdot x_0^3 \cdot (\rho_1 - \rho_2) \times [a_1(y_1 / y_0) + 2a_2(y_1 / y_0)^2 + 3a_3(y_1 / y_0)^3] \times \Delta y_0 / \{ [f(y_1 / y_0)]^4 \cdot y_0 \} \quad (12)$$

Результати визначення значень $\Delta\sigma_{li}$ згідно з (7)...(12) для максимальних значень аргументів l_i і їх абсолютних похибок Δl_i такі: $\rho_1 = 1000$ кг/м³; $\rho_2 = 700$ кг/м³; $y_0 = 0.5 \cdot 10^{-3}$ м; $y_1 = 0.35 \cdot 10^{-3}$ м; $x_0 = 1.3 \cdot 10^{-3}$ м; $\omega = 600$ рад/с; $\Delta\rho_1 = \Delta\rho_2 = 1$ кг/м³; $\Delta\omega = 0.6$ рад/с; $\Delta x_0 = 2 \cdot 10^{-6}$ м, $\Delta y_0 = \Delta y_1 = 2.5 \cdot 10^{-6}$ м є такими:

$$\Delta\sigma_{\rho_1} = \Delta\sigma_{\rho_2} = 1,2845 \cdot 10^{-3} \text{ мН/м};$$

$$\Delta\sigma_{\omega} = 9,248 \cdot 10^{-4} \text{ мН/м};$$

$$\Delta\sigma_{x_0} = 1,779 \cdot 10^{-3} \text{ мН/м};$$

$$\Delta\sigma_{y_1} = 1,365 \cdot 10^{-2} \text{ мН/м};$$

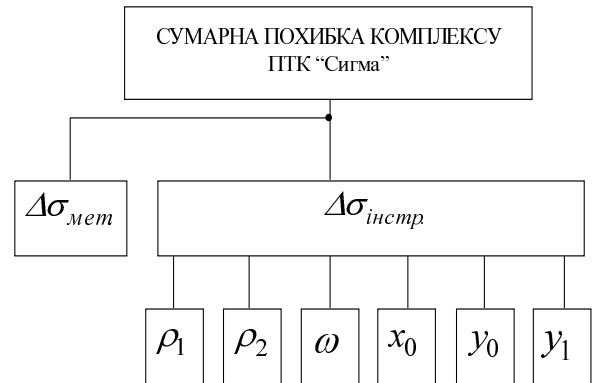


Рис. 2. Схема накопичення сумарної похибки комплексу ПТК “Сигма”

$$\Delta\sigma_{y_0} = 2,335 \cdot 10^{-2} \text{ мН/м}.$$

Сумарна інструментальна похибка комплексу ПТК “Сигма” становить:

$$\Delta\sigma_{інстр.} = \sum_{i=1}^n \left| \frac{\partial\sigma}{\partial l_i} \right| \Delta l_i \approx 0,045 \text{ мН/м}.$$

Аналізуючи вирази (7)...(12) для кожної із складових інструментальних похибок, а також отримані їхні значення, можна стверджувати, що найбільшими є інструментальні похибки вимірювання геометричних розмірів y_0 і y_1 . Для їх зменшення необхідні багаторазові їх вимірювання (до 10 і більше разів протягом 1 с), що приведе до зменшення абсолютних похибок Δy_0 і Δy_1 [11].

Порівнюючи отримані значення $\Delta\sigma_{(1)}$ і $\Delta\sigma_{інстр.}$, можна зауважити, що інструментальна похибка комплексу ПТК “Сигма” є більшою майже на порядок від методичної похибки. Тому подальші зусилля необхідно спрямувати саме на зменшення окремих складових інструментальної похибки комплексу ПТК “Сигма”.

1. Русанов А. К., Прохоров В. А. Межфазная тензометрия. С-Пб, 1994. 2. Vonnegut B. Rotating Bubble Method for Determination of Surface and Interfacial Tension // Rev. Sci. Instrum. № 13. 1942. P. 6-9. 3. Princen H. M., Zia I. Y. Z., Mason S. G. Measurement of Interfacial Tension from the Shape of a Rotating Drop // J. Colloid Interface Sci. № 23. 1967. P. 99-107. 4. Slattery J. C., Chen J.-D. Alternative Solution for Spinning Drop Interfacial Tensiometer // J. Colloid Interface Sci. Vol. 64. № 2. 1978. P. 371-373. 5. Torza S. The Rotating-Bubble Apparatus // Rev. Sci. Instrum. Vol. 46. № 6. 1975. P. 778-783. 6. Кісіль П. І. Метрологічний аналіз різних

модифікацій визначення міжфазного натягу методом обертової краплі // *Методи і прилади контролю якості*. № 1. 1997. С. 70-74. 7. Кісіль Р. І. Вплив коефіцієнта збільшення оптичної системи на результати вимірювання міжфазного натягу методом обертової краплі // *Методи та прилади контролю якості*. 1998. № 2. С. 6-8. 8. Кісіль Р. І., Чеховський С. А. Удосконалена методика і прилад для вимірювання міжфазного натягу методом обертової краплі //

Методи та прилади контролю якості. 1999. № 4. С. 36-40. 9. Полішко С. П., Трубенюк О. Д. Точність засобів вимірювання. К., 1988. 10. Кісіль Р. І., Порєв Г. В. Вимірювання геометричних розмірів обертової краплі за допомогою телевізійної системи контролю // *Методи та прилади контролю якості*. 1999. № 5. С. 87-91. 11. Грановский В. А., Сирая Т. Н. Методы обработки экспериментальных данных при измерениях. Л., 1990. 228 с.