

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования

**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

УТВЕРЖДАЮ
Директор

_____ О.Ю. Долматов
« __ » _____ 2014 г.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРА ПОР ФИЛЬТРУЮЩЕГО
ЭЛЕМЕНТА**

Методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу
«Оборудование производств редких элементов» для студентов IV
курса, обучающихся по специальности 240501 Химическая технология
материалов современной энергетики

Составители: А.С. Кантаев, И.Д. Брус

Издательство
Томского политехнического университета
2014

УДК 66.045.2
ББК Л1/7 35

Определение размера пор фильтрующего элемента: методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Оборудование производств редких элементов» для студентов IV курса, обучающихся по специальности 240501 Химическая технология материалов современной энергетики / сост. Кантаев А.С., Брус И.Д.; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2014. – 13 с.

УДК 66.045.2
ББК Л1/7 35

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к изданию методическим семинаром кафедры химической технологии редких, рассеянных и радиоактивных элементов (№43) ФТИ «___»_____20__ г.

Зав. кафедрой ХТРЭ
доктор технических наук,
профессор

_____ *А.Н.Дьяченко*

Председатель
учебно-методической комиссии

Рецензент
Кандидат химических наук
Доцент
Р.И. Крайденко

© Составление. ФГАОУ ВО НИ ТПУ, 2014
© Кантаев А.С., Брус И.Д. составление, 2014

Цель работы

1. Изучение теоретических основ пористости материалов
2. Определение размера пор фильтрующего элемента

Основы теории

Пористость – доля объема пор в общем объеме тела. В широком смысле понятие пористости включает сведения о морфологии пористого тела. Часто структурные характеристики (размер пор, распределение по размерам, объем пор, удельная поверхность) объединяют термином "текстура пористого тела". Пористые тела широко распространены в природе (минералы, растительные организмы) и технике (адсорбенты, катализаторы, пенопласты, строительные материалы, фильтры, наполнители, пигменты и т.п.).

Согласно рекомендациям ИЮПАК, пористые тела классифицируют по преимущественному размеру пор на микропористые (поры до 2 нм), мезопористые (от 2 до 50 нм) и макропористые (св. 50 нм); по однородности этих размеров – однородно- и разнороднопористые; по жесткости структуры – на жесткие и набухающие.

Морфология пористых тел. Различают корпускулярные структуры, образующиеся путем сращивания отдельных частиц (зерен) разной формы и размера, и губчатые структуры, образованные не зернами, а сплошной сеткой твердой фазы, в которой поры представляют собой систему пустот и каналов. Типичный представитель корпускулярной структуры – силикагель, губчатой структуры – пористое стекло. Существуют смешанные структуры: либо частицы имеют губчатое строение, либо в полостях губчатых тел имеются скопления мелких частиц.

Для большинства пористых тел характерна корпускулярная структура. В аморфных ксерогелях (например, силикагеле) частицы имеют округлую форму. В кристаллических пористых телах частицы могут быть в форме игл (Al_2O_3 , Fe_2O_3), пластинок (MgO , CuO), волокон (хризотил-асбест), коротких трубок (галлуазит), полиэдров (напыленные пленки, порошки). Поры,

образованные между слоями, имеют плоскощелевидную форму (монтмориллонит). Примеры губчатых тел – пористые стекла, металлы, полимеры.

Для теоретического описания геометрических и физико-химических свойств реальных пористых тел, а также происходящих в них процессов сложную структуру представляют в виде простых моделей. Чаще всего применяют модель эффективных цилиндрических пор, не связанную с морфологией, в современных моделях рассматривают также поры между глобулами, цилиндрическими стержнями, круглыми дисками, полиэдрами, слоями. Для губчатых структур применяют модели цилиндрических и многогорлых бутылкообразных пор. Связь пор между собой описывается решеточными моделями.

Определение размера пор фильтрующего элемента

Для определения размеров пор различных пористых сред существует большое количество методов, которые основаны на теоретическом допущении, что пористая система пронизана системой капилляров крупного сечения.

Методы определения размеров пор можно разбить на две группы: основанные на измерении скорости протекания жидкости или газа через пористую среду, и использующие капиллярные явления.

Чаще всего, размеры пор определяют двумя методами: по скорости фильтрации и по максимальному давлению пузырьков. Первый метод базируется на предположении справедливости закона Пуазейля при движении жидкости в пористой среде и на совместном решении формул Пуазейля и Дарси. (1 Дарси – проницаемость, которая обеспечивает фильтрацию жидкости с вязкостью 1 сантипуаз со скоростью 1 см/сек при градиенте напора 1 атм/м.)

Если проницаемость K выражена в дарси, а пористость m – в долях единицы, то формула для расчета среднего диаметра пор имеет вид:

$$d_{cp} = 4\sqrt{\frac{2K}{m}} \quad (1)$$

Для использования этого метода необходимо определение коэффициента проницаемости K с большой степенью точности, что в ряде случаев затруднено. В связи с этим, в пористой металлокерамике наибольшее распространение получил метод максимального давления пузырьков.

Методика определения среднего размера пузырьков основана на измерении давления, которое необходимо для того, чтобы продавить воздух через поры фильтрующего элемента, наполненные жидкостью с известным поверхностным натяжением.

Общий вид уравнения, на котором базируется этот метод, следующий:

$$d = \frac{4\sigma \cos \theta}{\Delta P} \quad (2),$$

где d – диаметр капилляра в см;

σ – коэффициент поверхностного натяжения жидкости на границе газ–жидкость в дин/см²;

θ – краевой угол смачивания в град.;

ΔP – перепад давления в дин/см².

Этой формулой практически не пользуются, так как при вытеснении жидкости из пор металлокерамических фильтрующих элементов краевой угол будет меняться от 0° до 90°, что обуславливается сложной формой поровых каналов. Поэтому при расчетах величина краевого угла смачивания принимается постоянной, равной нулю. В этом случае формула принимает вид:

$$d = \frac{4\sigma}{\Delta P} \quad (3)$$

Сделав необходимые преобразования, получим формулу для определения размера пор:

$$d = 407,89 \frac{\sigma}{\Delta P} \quad (4),$$

где d – диаметр пор в мкм;

σ – поверхностное натяжение жидкости в дин/см²;

ΔP – перепад давления в мм вод. ст.

Размеры пор определяются следующим образом (принципиальная схема установки изображена на рисунок 1): металлокерамический фильтрующий элемент предварительно перед испытанием пропитывают спиртом в течении 2 часов. На рисунке 2 изображена схема ячейки для образцов, имеющих дисковую форму. На элемент 1 надевают резиновое уплотняющее кольцо 2 и зажимают гайкой 3 в крышке 4. После этого, на открытую поверхность диска наливают слой спирта (воды) толщиной 3–5мм и медленно подают воздух через штуцер 5, поднимая давление до тех пор, пока на поверхности фильтрующего элемента не появится первый пузырек. При этом давлении воздух проходит через пору максимального размера. С повышением давления воздуха количество пузырьков увеличивается, и они начинают выходить из многих пор по всей поверхности фильтрующего элемента. По формуле 4 подсчитывают размер максимальных и средних пор.

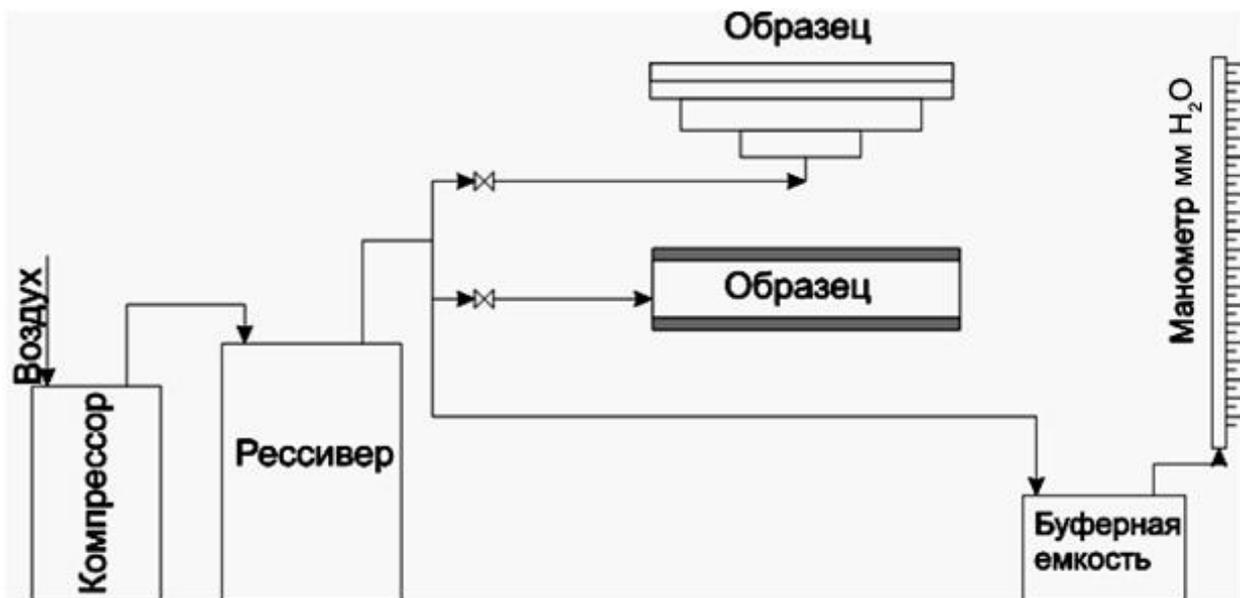
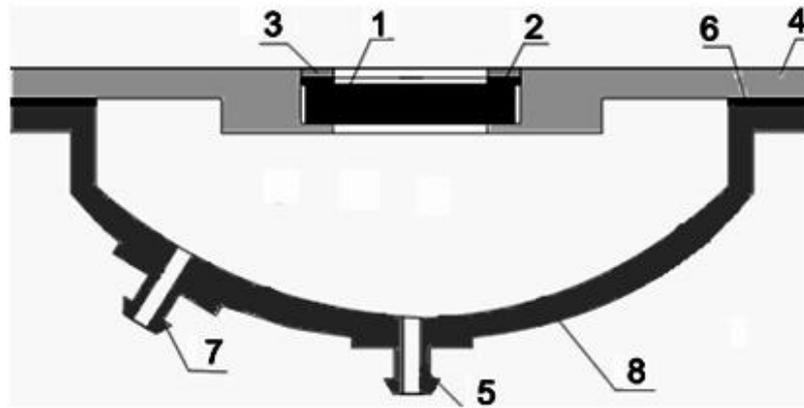


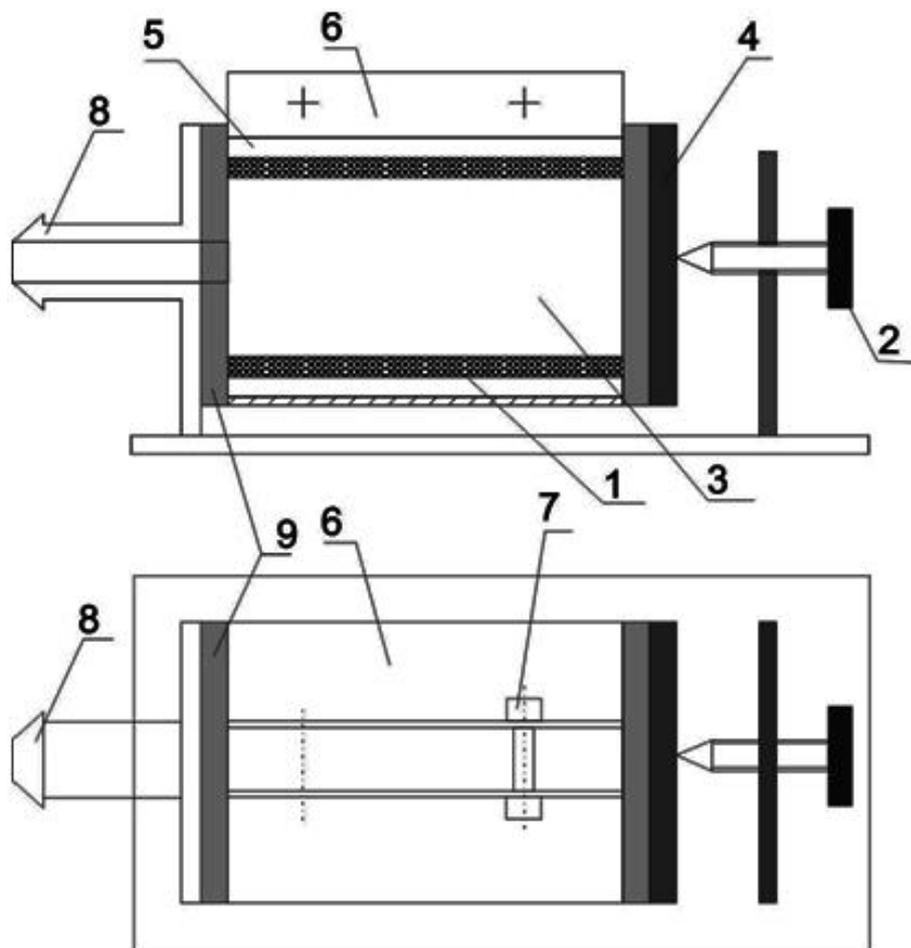
Рисунок – 1 Принципиальная схема установки

Для определения размера пор у фильтрующих элементов, имеющих форму втулки, используют ячейку для цилиндрической втулки (рис3).



1 – металлокерамический образец, 2 – уплотнительная прокладка, 3 – зажимная гайка, 4 – крышка, 5 – штуцер, 6 – прокладка, 7– штуцер манометра, 8 – корпус.

Рисунок – 2 Схема ячейки для дискового образца



1 – металлокерамический образец, 2 – винт, 3 – воздушная камера, 4 – крышка, 5 – резиновая оболочка, 6 – хомут, 7– серьга, 8 – штуцер, 9 – резиновые уплотняющие прокладки.

Рисунок – 3 Схема ячейки для цилиндрической втулки

Испытываемая втулка 1 зажимается винтом 2 между воздушной камерой 3 и крышкой 4. герметичность по торцам обеспечивается прокладками. На фильтрующий элемент надевается толстая резиновая оболочка 5 таким образом, чтобы открытой осталась поверхность втулки шириной 10 – 15 мм. резиновая оболочка плотно прижимается к поверхности втулки хомутом 6, изготовленным из листовой стали, и накладными серьгами 7. затем на открытую поверхность металлокерамической втулки наливают слой спирта (воды) толщиной 5 мм и подают сжатый воздух через штуцер 8.

Для определения среднего размера пор замеряется перепад давления в момент, когда пузырьки воздуха выходят из пор по всей исследуемой поверхности.

Величины максимальных и средних диаметров пор рассчитывают по формуле (4).

В качестве рабочих жидкостей в данном методе рекомендуется использовать жидкости с минимальным поверхностным натяжением.

Определение погрешностей измерений и расчетов

При обработке экспериментальных данных необходимо правильно оценивать погрешности измерений и расчета.

Экспериментальные установки оснащены измерительными устройствами и приборами, использование которых для измерения того или иного параметра процесса сопряжено с погрешностями. Погрешности могут быть систематическими и случайными. Кроме того, при несоблюдении условий проведения опытов или недостаточном внимании, исполнителя работы могут быть грубые погрешности (промахи). Для оценки точности измерений применяют статистическую теорию ошибок. В частности, удобным вычислительным методом является метод наименьших квадратов. Приведем для примера порядок вычисления погрешностей при прямых измерениях:

- 1) составить таблицу измерений;

2) найти среднее $\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_1^n x_i$ (где n - число измерений в серии (выборке);

x_i - численное значение измеренной величины);

3) найти единичные отклонения $\Delta X_i = X_i - \bar{X}$;

4) проверить согласие с соотношением $\sum_1^n \Delta X_i = 0$ (сумма всех положительных и отрицательных отклонений от среднего должна равняться нулю);

5) вычислить квадраты отклонений $(\Delta X_i)^2$;

6) найти среднее квадратическое отклонение:

$$S_n = \sqrt{\frac{\sum_1^n (\Delta X_i)^2}{(n-1)}}$$

7) выявить и исключить из таблицы измерений промахи (приблизительно считая промахами измерения, при которых $\Delta X_i > 2S_n$);

8) найти среднее квадратическое отклонение среднего

$$S_{\bar{X}} = \frac{S_n}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_1^n (\Delta X_i)^2}{[n \cdot (n-1)]}}$$

9) задаться значением надежности (доверительной вероятности α -обычно 0,95);

10) выбрать из таблицы коэффициент (критерий) Стьюдента $t_{\alpha n}$ при данных α и n (число выборок может быть как угодно большим, но при проведении лабораторных опытов обычно $n = 5 \div 7$, не менее 4);

Таблица Значение коэффициентов. Стьюдента $t_{\alpha n}$

Доверительная вероятность	ВЫБОРКА									
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
0,7	2	1,3	1,3	1,2	1,2	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1
0,95	12,7	4,3	3,2	2,8	2,6	2,4	2,4	2,3	2,3	2,1
0,99	63,7	9,9	5,8	4,6	4,0	3,7	3,5	3,4	3,3	3,0

11) вычислить погрешность результата измерения

$$\Delta X = \varepsilon_{\alpha} = t_{\alpha n} \cdot S_{\bar{X}}$$

При умножении критерия Стьюдента $t_{\alpha n}$ на $S_{\bar{X}}$ определяют, в каком интервале находится истинное значение измеряемой величины (при отсутствии систематической погрешности). Если желательно получить один и тот же интервал погрешности при измерениях, а значит и одинаковый коэффициент $t_{\alpha n}$, например, 3,1, то при $\alpha = 0,95$ достаточно провести три-четыре измерения, а при $\alpha = 0,99$ - десять.

12) внести в таблицу окончательный результат: $\bar{X} \pm \Delta X$;

13) найти относительную погрешность (в %): $\varepsilon_x = \left(\frac{\Delta X}{\bar{X}}\right) \cdot 100$.

Пример

Определение погрешностей измерения и расчета

1. Произвели измерение величины параметра "X":

15, 18, 14, 16.

2. Находим среднее значение:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{1}^n x_i$$

где n - число измерений в серии;

x_i - численное значение измеренной величины;

$$\bar{x} = \frac{15 + 18 + 14 + 16}{4} = 15,76$$

3. Находим единичные отклонения от среднего значения:

$$\Delta X_i = X_i - \bar{X};$$

$$15 - 15,75 = -0,75$$

$$18 - 15,75 = 2,25$$

$$14 - 15,75 = -1,75$$

$$16 - 15,75 = 0,25$$

4. Проверяем согласие с соотношением:

$$\sum_{1}^n \Delta X_i = 0$$

(т.к. сумма всех положительных и отрицательных отклонений от среднего должна равняться нулю);

$$-0,75+2,25-1,75+0,25=0$$

5. Вычисляем квадраты отклонений $(\Delta X_i)^2$:

$$(-0,75)^2 = 0,56$$

$$(2,25)^2=5,06$$

$$(-1,75)^2=3,06$$

$$(0,25)^2=0,0625$$

6. Находим среднее квадратичное отклонение:

$$S_n = \sqrt{\frac{\sum_1^n (\Delta X_i)^2}{(n-1)}} = \sqrt{\frac{0,56+5,06+3,06+0,0625}{3}} = \sqrt{\frac{8,75}{3}} = 1,7$$

7. Выявляем и исключаем из таблицы промахи (приблизительно считая промахами измерения, при которых $\Delta X_i > 2S_n$):

$$(2S_n=2 \cdot 1,7=3,4)$$

$$X_i$$

$$-0,75 < 3,4$$

$$2,25 < 3,4$$

$$-1,75 < 3,4$$

$$0,25 < 3,4$$

8. Находим среднее квадратичное отклонение среднего

$$S_{\bar{X}} = \frac{S_n}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_1^n (\Delta X_i)^2}{[n \cdot (n-1)]}} = \frac{1,7}{\sqrt{4}} = \frac{1,7}{2} = 0,85.$$

9. Задаемся значением надежности (доверительной вероятности α -обычно 0,95);

10. Выбираем из таблицы коэффициент (критерий) Стьюдента $t_{\alpha n}$ при данных α и n (число выборок может быть как угодно большим, но при проведении лабораторных опытов обычно $n = 5 \div 7$, не менее 4); $t_{\alpha n} = 3,2$.

11. Вычисляем погрешность результата измерения:

$$\Delta X = \varepsilon_\alpha = t_{\alpha n} \cdot S_{\bar{X}} = 3,2 \cdot 0,85 = 2,72$$

При умножении критерия Стьюдента $t_{\alpha n}$ на $S_{\bar{X}}$ определяют, в каком интервале находится истинное значение измеряемой величины (при отсутствии систематической погрешности). Если желательно получить один и тот же интервал погрешности при измерениях, а значит и одинаковый коэффициент $t_{\alpha n}$, например, 3,2, то при $\alpha = 0,95$ достаточно провести три-четыре измерения, а при $\alpha = 0,99$ - десять.

12. Вносим в таблицу окончательный результат: $\bar{X} \pm \Delta X$,
т.е. $15,75 \pm 2,72$.

13. Находим относительную погрешность (в %):

$$\varepsilon_x = \left(\frac{\Delta X}{\bar{X}} \right) \cdot 100 \%$$
$$\frac{2,72}{15,75} \cdot 100 = 17,3\%$$

Список используемой литературы

1. Андриевский Р. А. Пористые металлокерамические материалы. М., Metallurgia, 1964.
2. Павловская Е. И., Шибряев Б. Ф. Металлокерамические фильтры. – М.: Недра, 1967. – 245 с.

3. Контрольные вопросы

1. Дайте определение пористости?
2. Назовите классификацию пористых тел?
3. Назовите способы определения размеров пор?
4. Дайте определение проницаемости?
5. Объясните ход работы на лабораторной установке?

Для заметок

Для заметок

Для заметок

Учебное издание

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРА ПОР ФИЛЬТРУЮЩЕГО ЭЛЕМЕНТА

Методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу
«Оборудование производств редких элементов» для студентов IV
курса, обучающихся по специальности 240501 Химическая технология
материалов современной энергетики

Составители

КАНТАЕВ Александр Сергеевич
БРУС Иван Дмитриевич

**Отпечатано в Издательстве ТПУ в полном соответствии
с качеством предоставленного оригинал-макета**

Подписано к печати 05.05.2014. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».
Печать XEROX. Усл.печ.л. 9,01. Уч.-изд.л. 8,16.
Заказ 1153 Тираж 10 экз.



Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Система менеджмента качества
Издательства Томского политехнического университета
сертифицирована
NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту BS EN ISO 9001:2008



ИЗДАТЕЛЬСТВО  ТПУ. 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30
Тел./факс: 8(3822)56-35-35, www.tpu.ru