

ИЗГОТОВЛЕНИЕ И ИСПЫТАНИЕ СРЕДСТВ МИКРОДОЗИРОВАНИЯ ПАРОВ ВЕЩЕСТВ

*Борисов Виктор Николаевич (bvn@vniitf.ru), Седов Евгений Владимирович,
Морозова Наталья Валерьевна, Ведерникова Светлана Алексеевна,
Волосников Александр Дмитриевич, Чугунова Евгения Александровна*

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е. И. Забабахина»,
г. Снежинск Челябинской обл.

Работа посвящена разработке и аттестации средств дозирования паров воды и органических растворителей (источники микропотока), обеспечивающих заданную концентрацию примесей в газовой среде замкнутой герметичной полости изделий (гермообъемы) при проведении испытаний. Способ дозирования основан на диффузии молекул веществ через стенку из полимерного материала. В ходе работы были изготовлены источники микропотока веществ с постоянными значениями производительности в диапазоне $10^{-2} - 10^{-5}$ г/сут при температурах 50 и 45 °С в течение 40–60 суток. Источники сохраняют механическую устойчивость в условиях термоциклирования. Изготовленные источники позволяют моделировать выделение паров из узлов изделия в условиях испытаний.

Ключевые слова: дозатор, источник микропотока, микродозирование паров веществ, диффузия.

FABRICATION AND TESTING THE MEANS FOR VAPORS MICRODOSING OF MATTERS

*Borisov Viktor Nikolaevich (bvn@vniitf.ru), Sedov Evgeniy Vladimirovich,
Morozova Nataliya Valerievna, Vedernikova Svetlana Alekseevna,
Volosnikov Aleksandr Dmitrievich, Chugunova Evgeniya Aleksandrovna*

FSUE “RFNC-VNIITF named after E. I. Zababakhin”,
Snezhinsk Chelyabinsk region

The work covers the development and certification of means for dosing vapors of water and organic solvents (microflow sources) to ensure the defined impurity concentration in gas medium of closed air-tight cavity of workpieces (containments) when performing tests. The dosing method is based on the diffusion of matter molecules through the wall made from a polymer. In the course of work, sources of matter microflow were fabricated having constant performance within 10^{-2} to 10^{-5} g/day (24 h) over 40 to 60 days. The sources keep their stability under thermal cycling conditions. They allow modelling vapor emission from workpiece assemblies under testing conditions.

Key words: feeder, diffusor, microflow source, microdosing vapors of matters, diffusion.

В настоящее время для проведения испытаний изделий с герметичной замкнутой полостью используется искусственная газовая среда, имитирующая газовыделение узлов. Искусственная газовая среда включает в себя водород, оксиды углерода, пары

воды, углеводороды алифатического ряда $C_1 - C_3$ включительно и пары органических растворителей. Газообразные компоненты искусственной газовой среды вводят посредством дозирования готовой газовой смеси. Компоненты органических растворите-

лей и вода должны поступать в гермообъем изделия с определенной скоростью в течение всего срока испытаний. В настоящее время компоненты органических растворителей и вода поступают «залпом», за счет испарения с носителя.

Целью работы явилось совершенствование техники дозирования паров веществ при испытании изделий. Для достижения этой цели были поставлены задачи:

- выбрать способ микродозирования паров органических веществ и воды;
- отработать технологию изготовления источников микропотока;
- отработать способ определения производительности источников;
- проверить источники микропотока на устойчивость в условиях испытаний.

Изучение научно-технической информации по вопросу микродозирования паров веществ [1–5], позволило выбрать способ дозирования. Для получения стабильного потока паров органических веществ используют процесс диффузии вещества через стенку полимерной трубки или мешка. Постоянство скорости диффузии обеспечивается постоянством температуры процесса [1–6].

В ходе работы была отработана технология изготовления трубок из фторопласта-4МБ ТУ 301-05-73-90 и полиэтилена ВД марки 15803-020 ГОСТ 16337-77 методом экструзии. Режимы работы экструдера представлены в табл. 1. Отработанная технология позволяет получать трубки наружным диаметром 8 мм и толщиной стенок от 0,3 до 0,5 мм.

Были разработаны приспособления для изготовления источников микропотока, представляющие собой электронагреваемые инструменты для сварки деталей из полимеров, работающие с блоком управления, обеспечивающим регулирование по ПИД-алгоритму. С помощью приспособлений были изготовлены источники микропотока веществ на основе трубок (как стороннего, так и собственного производства) с наружным диаметром 8 мм и толщиной стенок $(0,5 \pm 0,2)$ мм. Также были изготовлены источники мешкового типа 130×75 и 75×45 мм, изготовленные из фторопластовой пленки марки Ф-4МБ ТУ 2245-043-00203521-98 с изм. № 1 толщиной 0,2 мм. Температура сварки составляет 350°C для фторопласта и 110°C для полиэтилена. Фотографии источников микропотока представлены на рис. 1, 2.



Рис. 1. Источники микропотока на основе трубок



Рис. 2. Источник микропотока мешкового типа

Для определения производительности источников микропотока был выбран гравиметрический способ. Источники микропотока помещали в термокамеру, нагретую до температуры эксплуатации источников, и выдерживали в этих условиях. Точность поддержания температуры в камере $\pm 1,0^\circ\text{C}$. Периодически источник извлекали из термокамеры и определяли массу источника. Для определения массы источника использовали весы с точностью $\pm 0,2$ мг. Производительность источника рассчитывалась как отношение убыли массы вещества ко времени, за которое произошла убыль. Этим способом была оценена производительность источников при температурах 50 и 45°C . В результате было установлено, что источники микропотока веществ длительное время (40–60 сут) могут сохранять постоянную производительность, близкую к требуемым – 10^{-2} г/сут для воды, 10^{-4} – 10^{-5} г/сут для органических растворителей (табл. 2). Для установления постоянного диффузионного потока паров необходима предварительная выдержка источников при температуре испытаний в течение от 10 до 34 суток.

Таблица 1

Режимы работы экструдера

Материал	Температура заданная/фактическая, °C			Температура расплава, °C	Обороты шнека, об/мин	Скорость протяжки, м/мин	Давление расплава, МПа
	Зона агрузки	Зона плавления	Зона дозирования				
Полиэтилен ВД	110/110	110/110	110/110	108-109	42	1	1,1
Фторопласт 4МБ	270/271	310/308	280/279	276	6	1	5,8

Производительность некоторых источников микропотока

Вещество	Размеры источника микропотока, мм	Производительность, г/сут		% от требования заказчика
		требование заказчика	фактическая	
Бутанол	Ø8, L 55, S 2,2	$1,71 \cdot 10^{-5}$	$1,72 \cdot 10^{-5}$	101
Голуол	Ø8, L 88, S 0,5	$8,38 \cdot 10^{-4}$	$3,19 \cdot 10^{-4}$	38
	Ø8, L 66, S 0,5		$2,29 \cdot 10^{-4}$	27
	Ø8, L 80, S 0,5		$3,06 \cdot 10^{-4}$	37
	Всего		$8,54 \cdot 10^{-4}$	102
Бутилацетат	Ø8, L 37, S 1,25	$1,22 \cdot 10^{-5}$	$1,60 \cdot 10^{-5}$	131
Бензол	Ø8, L 23, S 2,2	$3,50 \cdot 10^{-5}$	$3,90 \cdot 10^{-5}$	111
Метанол	Ø8, L 85, S 1	$2,99 \cdot 10^{-4}$	$3,84 \cdot 10^{-4}$	128
Этанол	Ø8, L 40, S 1,25	$3,42 \cdot 10^{-5}$	$3,72 \cdot 10^{-5}$	111
Вода	130×75, S 0,2	$1,64 \cdot 10^{-2}$	$1,21 \cdot 10^{-2}$	74
	75×45, S 0,2		$4,22 \cdot 10^{-3}$	26
	Всего		$1,63 \cdot 10^{-2}$	100

Примечание: L – длина источника микропотока, S – толщина стенки

Для оценки механической устойчивости источников микропотока в условиях термоциклирования использовали испытательную термокамеру, обеспечивающую поддержание температуры минус 40 °С с точностью $\pm 1,1$ °С, и температуры 20 °С с точностью $\pm 0,8$ °С. Программировали термокамеру на отработку семи циклов: выдержка 11 ч при температуре минус 40 °С, нагрев до 25 °С в течение 1 ч, выдержка при 25 °С в течение 11 ч, охлаждение до минус 40 °С в течение 1 ч. По окончании отработки программы источники осматривали с целью обнаружения механических повреждений (трещин и пр.), а также взвешивали для оценки возможной утечки растворителей через невидимые невооруженным глазом дефекты. Испытанные источники не разрушаются в условиях термоциклирования от минус 40 до 25 °С.

Таким образом, в ходе работы для получения стабильного потока паров органических веществ был выбран способ микродозирования веществ посредством диффузии через стенку полимерной трубки или мешка; отработаны режимы изготовления трубок из фторопласта-4МБ и полиэтилена ВД требуемых размеров; разработана и изготовлена необходимая технологическая оснастка и отработана технология изготовления источников микропотока, обеспечивающих требуемые параметры по производительности и позволяющих моделировать выделение паров из узлов изделия в условиях испытаний. Показано, что

источники не разрушаются в условиях термоциклирования от минус 40 до 25 °С, для их активации требуется предварительная выдержка при температуре испытаний в течение от 10 до 34 суток. Изготовленные источники удобны в обращении, компактны, не требуют особых условий хранения.

Список литературы

1. O'Keeffe A. E., Ortman G. C. Primary Standards for Trace Gas Analysis // Analytical Chemistry. 1966. Vol. 38, N 6. P. 760–763.
2. Elfers L. A., Decker C. E. Determination of Fluoride in Air and Stack Gas Samples by Use of an Ion Specific Electrode. // Analytical Chemistry. 1968. Vol. 40, № 11. P. 1658–1661.
3. DeMaio L. Calibrating Trace Gas Analyzers with Permeation Tubes. // Instrumentation Science and Technology. 1972. Vol. 19, N 5. P. 37–41.
4. Другов Ю. С., Родин А. А. Газохроматографический анализ газов. СПб.: Анатолия, 2001.
5. Попов В. А., Печенникова Е. В. Методы приготовления образцовых парогазовых смесей в области ультрамикроразбавлений. (Обзор) // Заводская лаборатория, 1974. Т. 40, № 1. С. 1–5.
6. Lucero D. P. Performance Characteristics of Permeation Tubes // Analytical Chemistry. 1971. Vol. 43, N 13. P. 1744–1749.