

# ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ

Том (A) XIV

1972

№ 2

УДК 541.64:546.41:532.72

## ИЗМЕРЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ ДИФФУЗИИ ВОДОРОДА В ПОЛИМЕТИЛМЕТАКРИЛАТЕ ВЕСОВЫМ МЕТОДОМ

*П. В. Волобуев, А. Я. Купряжкин, П. Е. Суетин*

Разработана высокочувствительная весовая установка для исследования массообмена в системе газ — твердое тело. Проведены измерения коэффициентов диффузии водорода в полиметилметакрилате (ПММА) при 295°К в диапазоне давлений  $p = 6,6 - 8,3 \cdot 10^5 \text{ н/м}^2$ . Разработанная установка дает возможность изучать процессы диффузии в системе газ — твердое тело по изменению веса насыщаемого образца. Данный метод является более непосредственным, чем методы, основанные на явлениях проницаемости. Более того, весовой метод может быть использован для работы с ве-

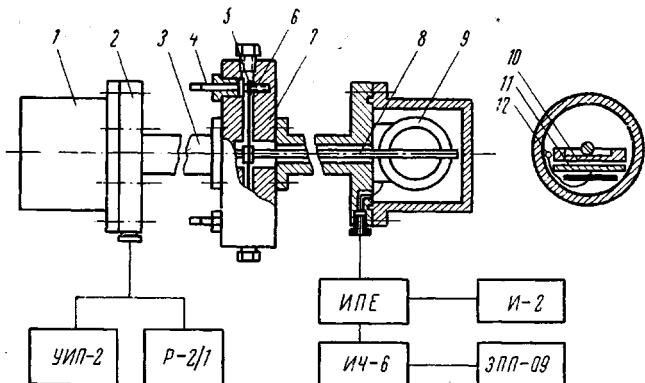


Схема высокочувствительной весовой установки:

1 — крышка рабочей камеры; 2 — фланец рабочей камеры; 3 — соединительная труба; 4 — упорный стержень для зажима нити; 5 — молибденовая нить; 6 — поджимной винт; 7 — камера крепления нити; 8 — коромысло; 9 — чашка весов; 10 — неподвижная пластина; 11 — винты; 12 — электрический вывод. UIP-2 — источник питания; Р-2/1 — полуавтоматический потенциометр; ИПЕ — измеритель приращения емкости; И-2 — цифровой частотомер; ИЧ-6 — стрелочный частотомер; ЭПП-09 — самопишуций потенциометр

ществами, исследование проницаемости которых затруднено. Существенной особенностью метода является возможность использования его в широком диапазоне давлений при достаточно малом времени измерения.

Главной частью экспериментальной установки является весовой датчик (рисунок). В качестве элемента подвески механической части весового датчика использовали молибденовую торзионную нить [1], имеющую переменное сечение. Длина тонкой части нити — 38, толщина — 0,35 мм. Закрепление на ней коромысел 8 (длина коромысла — 250 мм) и крепление самой нити к корпусу осуществляли в утолщенных местах, что исключает возможность сухого трения. На концах коромысел крепили чашки весов 9, являющиеся одновременно подвижными пластинами рабочего и градуировочного конденсаторов. Площадь одной обкладки 26,4 см<sup>2</sup>. Неподвижные пластины 10 изолировали от корпуса и монтировали на фланцах рабочих камер. Регулировку зазора и ориентацию пластин осуществляли с помощью трех винтов 11. Одна из пар пластин используется для регистрации отклонения чашек весов от положения равновесия и входит в контур генератора переменной частоты измерительной схемы. Для сопоставления отклонения чашек весов от положения равновесия с из-

менением нагрузки использовали вторую пару пластин. При градуировке на нее подается заданная разность потенциалов, которая однозначно определяет силу притяжения обкладок или разбаланс весов.

Рабочая емкость датчика включается в схему измерителя приращения емкости [2]. Изменение ее определяет частоту генератора, которая подается на блок смещения. На блоке смещения эта частота сравнивается с опорной частотой генератора, стабилизированного кварцем ( $1 \text{ МГц}$ ). Разность частот генератора переменной частоты и кварцеванного генератора регистрировали с помощью двух вторичных схем измерения, а именно: цифрового частотомера, позволяющего измерять частоту с точностью до  $1 \text{ Гц}$  и стрелочного частотомера с последующим выводом на самопищущий потенциометр.

Чувствительность используемой схемы измерения по емкости  $\Delta C / \Delta f = (0,96 \pm 0,04) \cdot 10^{-3} \text{ пФ/Гц}$ . Градуировку датчика проводили электростатическим способом. Чувствительность весов составляет  $(4,71 \pm 0,24) \cdot 10^{-9} \text{ н/Гц}$ . Величина рабочей емкости  $100 \text{ пФ}$ . Максимально возможная нагрузка  $500 \text{ г}$ . Период собственных колебаний весов 7 сек. Разработанная схема позволяет устойчиво работать в условиях вакуума и в области повышенных давлений. С помощью данной схемы можно исследовать изменение веса образца в статических режимах измерения за достаточно длительные промежутки времени, что особенно важно ввиду малости коэффициентов диффузии в рассматриваемых системах.

$P \cdot 10^{-5}, \text{ н/м}^2$	Время, сек.				
	600	900	1200	1500	1800
$\Delta P \cdot 10^6 \text{ н}$					
8,3	2,794	3,417	4,011	4,414	4,737
7,7	1,456	1,858	2,092	2,410	2,827
6,6	3,040	3,361	3,702	3,908	4,077

На описанных весах проводили измерения коэффициентов диффузии водорода в ПММА. Образец представлял собой пластины толщиной  $0,75 \text{ мм}$  общим весом  $\sim 4 \text{ г}$ . Измерения проводили при комнатной температуре при трех значениях давления. Перед каждым измерением рабочую камеру откачивали, образец выдерживали в условиях вакуума не менее 10 час. и затем проводили выпуск газа и регистрировали изменение веса образца, обусловленное процессами массообмена. В таблице приведены величины изменений веса образца  $\Delta P$  с течением времени. Для обработки данных использовали стандартное решение для уравнения диффузии газа в пластины [3]. Вычисленные значения коэффициентов диффузии приведены ниже.

$$\begin{array}{lll} P \cdot 10^{-5}, \text{ н/м}^2 & 8,3 & 7,7 & 6,6 \\ D \cdot 10^{11}, \text{ м}^2/\text{сек} & 5,30 & 4,77 & 4,88 \end{array}$$

Малые значения коэффициентов диффузии и малая величина наблюдаемого эффекта, по-видимому, и объясняют отсутствие аналогичных данных в литературе.

#### Выводы

Разработана высокочувствительная весовая установка для исследования массообмена в системе газ — твердое тело. Чувствительность весов составляет  $(4,71 \pm 0,24) \cdot 10^{-9} \text{ н}$ . Проведены измерения коэффициентов диффузии водорода в полиметилметакрилате при  $295^\circ \text{ К}$  в диапазоне давлений  $(6,6—8,3) \cdot 10^5 \text{ Н/м}^2$ .

Уральский политехнический институт  
им. С. М. Кирова

Поступила в редакцию  
22 II 1971

#### ЛИТЕРАТУРА

1. В. Б. Брагинский, Приборы и техника эксперимента, 3, 160, 1964.
2. П. Е. Суэтин, П. В. Волобуев, Заводск. лаб., 30, 374, 1964.
3. Г. С. Карслу, Дж. К. Егер, Теория теплопроводности, Изд-во иностр. лит., 1947.

#### MEASUREMENT OF THE HYDROGEN DIFFUSION COEFFICIENTS IN POLY(METHYL METHACRYLATE) USING A GRAVIMETRIC METHOD

P. V. Volobuev, A. Ya. Kupryazhkin, P. E. Suetin

#### Summary

A high-sensitivity weighing device has been designed for investigation of mass-exchange in the gas — solid system. The sensitivity of the balance is  $(4,71 \pm 0,24) \times 10^{-9} \text{ N}$ . The hydrogen diffusion coefficients in poly(methyl methacrylate) have been measured at  $295^\circ \text{ K}$  in the pressure range  $(6,6—8,3) \times 10^5 \text{ N/m}^2$ .