ЖУРНАЛ ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ
Т. XXXII 1958 № 3

ПРИБОР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ШИРОКИХ ПОР ПО РАДИУСАМ

Р. Х. Буштейн, А. Г. Пшеничников и И. А. Шумилова

Изучение распределения пор по радиусам методом вдавливания ртути, согласно Риттеру и Дрейку [1], основано на следующем соотношении:

$$p = \frac{2\sigma \cos 0}{r}, \qquad (1)$$

где p — давление, r — радиус цилиндрических пор, σ — поверхностное натяжение, 0 — краевой угол между ртутью и несмачиваемым ртутью образцом. Экспериментально определяют объем ртути, входящей в поры при постепенном увеличении давления, и находят функцию распределения пор по радиусам $D(r)$ по уравнению

$$D(r) = \frac{dV}{dp}\frac{p}{r}, \qquad (2)$$

где dV — объем ртути, входящий в поры при изменении радиуса от r до $r + dr$. В работе Р. Х. Буштейн и Д. Л. Кондрашова [2] был описан прибор, позволяющий определять распределение пор по радиусам методом вдавливания ртути со значительной

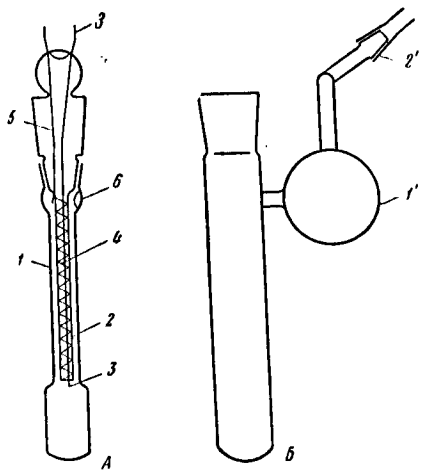

Рис. 1

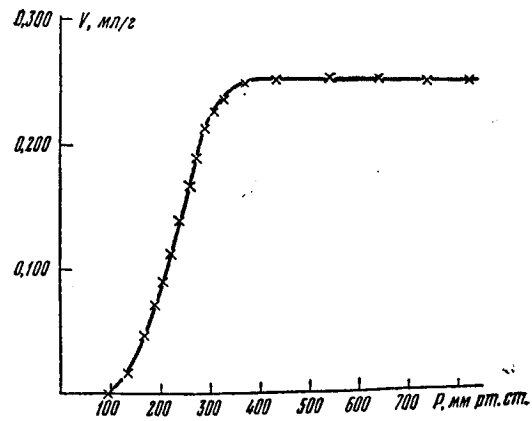

Рис. 2

точностью. Однако этот прибор, так же как и все описанные до сих пор варианты этого метода [1, 3], позволяли определять распределение пор, радиус которых не превышал 7 μ, так как работа велась при давлении не ниже 1 *атм*. Для изучения функции распределения более широких пор следует измерять количество ртути, проникающее в поры образца при более низких давлениях.

Прибор, примененный нами для этой цели, изображен на рис. 1.

Исследуемый образец помещается в нижнюю часть прибора *А*. В цилиндрической трубке *1* находится капиллярная трубка *2*, в которую вплавлена молибденовая проволока *3*; на трубке *2* равномерно намотана вольфрамовая проволока *4*. Диаметр этой проволоки в нашем приборе был равен 13 μ, а общее сопротивление 900 Ω. Один конец вольфрамовой проволоки приклеивается пицеином к концу капиллярной трубки *2*, а второй конец присоединяется к проволоке *5*, впаянной в конус шлифа. Объем трубки *1* предварительно калибрируется, и определяется зависимость между сопротивлением проволоки и объемом ртути в трубке *1*. Прибор *А* с вложенным в него образцом помещается в прибор *Б*, имеющий резервуар с ртутью *1'*. При помощи

шлифа *2'* (перпендикулярного к плоскости рисунка) прибор присоединяется к вакуумной установке и производится обезгаживание образца через отверстие *6*. После достижения вакуума 10^{-5} *мм* рт. ст. прибор поворачивается вокруг шлифа *2'* и через отверстие *6* ртуть поступает в прибор *А*. В трубке *1* ртуть устанавливают на определенном уровне, после чего измеряют сопротивление проволоки. Затем в систему впускают небольшими порциями воздух и по изменению сопротивления проволоки определяют объем ртути, проникающей в поры образца при каждом заданном давлении. При этом давление постепенно повышают до 1 *атм*. Для измерения давления применялся ртутный манометр.

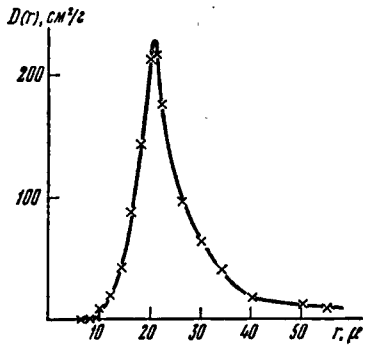

Рис. 3

В описанных выше условиях можно изучать распределение пор радиусом от 40—50 μ до 7μ. При отсчете давления следует вводить поправку на высоту столба ртути над образцом. Эта поправка определяется из калибровочной кривой зависимости между высотой столба ртути и сопротивлением проволоки *4*. $P = p_{\text{ман}} + p_{\text{Hg}}$, где $p_{\text{ман}}$ — манометрическое давление, P — общее давление, p_{Hg} — давление, создаваемое ртутным столбом. Обработка данных производится так же, как в опытах в области более высоких давлений [2]. На рис. 2 в качестве примера приведена зависимость между давлением и объемом ртути, проникшей в поры никелевого крупнопористого электрода, а на рис. 3 — функция распределения пор по радиусам. Для пор, радиус которых меньше 7 μ, прибор *А* помещается в бомбу. Бомба состоит из стального стакана с толщиной стенок 20 *мм* и завинчивающейся пробкой с двумя контактами, которые изолированы от тела пробки тефлоновыми прокладками. К этим контактам присоединяется поромер, и производится измерение сопротивления проволоки при повышенных давлениях. При помощи описанного устройства можно осуществить измерение распределения пор в интервале от 40 до 0,05 μ, используя при этом для создания повышенного давления баллон с азотом (150 *атм*). Для определения распределения пор, радиус которых меньше 0,05 μ, требуется специальная установка для высокого давления.

Академия наук СССР
Институт физической химии
Москва

Поступила
17.VI.1957

ЛИТЕРАТУРА

1. H. L. Ritter a. L. C. Drake, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17, 782, 1945.
2. Р. Х. Бурштейн и Д. Л. Кондрашов, Журн. прикл. химии, 29, 1691, 1956.
3. Н. Камкин, Методы исследования структуры высокодисперсных и пористых тел, Труды Совещания, Изд-во АН СССР, 1953, стр. 47.

AN APPARATUS FOR DETERMINING PORE SIZE DISTRIBUTION

R. Kh. Burshtein, A. G. Pshenichnikov and *N. A. Shumilova (Moscow)*

Summary

An apparatus has been described for determining the pore size distribution in the range $7\times10^{-3}\mu$—50 μ by the pressing in of mercury. Determination of the distribution of wide pores (r=7—50 μ) could be carried out by measuring the volume of mercury entering the pores of the specimen on changing the pressure from 10 to 760 *mm* Hg.