

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **034154**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2020.01.13

(51) Int. Cl. **G01N 24/08** (2006.01)

(21) Номер заявки
201700578

(22) Дата подачи заявки
2017.12.21

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИАМЕТРА ПОР ПОРИСТЫХ ОБЪЕКТОВ

(31) 2017143426

(32) 2017.12.12

(33) RU

(43) 2019.06.28

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ "САНКТ-
ПЕТЕРБУРГСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ" (СПбГУ) (RU)**

(72) Изобретатель:

**Чарная Елена Владимировна,
Кумзеров Юрий Александрович,
Подорожкин Дмитрий Юрьевич,
Нефедов Денис Юрьевич, Антоненко
Анастасия Олеговна (RU)**

(74) Представитель:

**Матвеев А.А., Матвеева Т.И., Леонов
И.Ф. (RU)**

(56) US-A1-20140002081
RU-C2-2422809
RU-C1-2627988
RU-C2-2187132
WO-A1-2015094307
GB-A-2345757

(57) Изобретение относится к способу определения среднего диаметра пор пористого объекта, в котором (А) вводят жидкий галлий или один из сплавов, находящихся в жидком состоянии, и выбранных из группы, включающей галлий-индий (Ga-In), галлий-олово (Ga-Sn) и галлий-индий-олово (Ga-In-Sn), в указанный пористый объект; (В) измеряют спектр ядерного магнитного резонанса на ядрах галлия в жидком галлии или в одном из сплавов, находящихся в жидком состоянии и выбранных из группы, включающей галлий-индий (Ga-In), галлий-олово (Ga-Sn) и галлий-индий-олово (Ga-In-Sn), в указанном объекте с определением сдвига Найта (К) по полученному ЯМР-спектру; (С) измеряют спектр ядерного магнитного резонанса на ядрах галлия в жидком галлии или в одном из сплавов, находящихся в жидком состоянии и выбранных из группы, включающей галлий-индий (Ga-In), галлий-олово (Ga-Sn) и галлий-индий-олово (Ga-In-Sn), с определением сдвига Найта (К_б) по полученному ЯМР-спектру; (D) определяют средний диаметр пор указанного пористого объекта по формуле

$$d = -d_0 \ln[(K_b - K) / \alpha K_b],$$

где α принимает значения от 0,01 до 0,3; d_0 принимает значения от 1 до 7 нм. Технические результаты изобретения заключаются в сокращении времени измерения и анализа, повышении точности определения размера пор, сокращении энергетических затрат и повышении общей безопасности способа.

B1

034154

034154

B1

Область техники

Изобретение относится к способам определения размеров пор пористых объектов. Предложен способ определения размера пор с применением галлия или сплавов, содержащих галлий и один или более из металлов, выбранных из олова и индия, для определения размера пор пористых объектов методом ядерного магнитного резонанса (ЯМР). Настоящее изобретение не ограничено конкретными областями применения, но может быть использовано в нефтехимии, химической технологии, медицине и электронике. В частности, настоящее изобретение может быть использовано, например, при изготовлении и выборе пористых матриц для газовой хроматографии, подложек для катализаторов, мембранных реакторов, оптических хемосенсоров, микроэлектроники, цифровых оптических систем, имплантатов и протезов, в частности зубных имплантатов, при определении ДНК, иммобилизации ферментов, синтезе олигонуклеотидов, в гипер- и ультрафильтрационных процессах, а также любых других процессах требующих точного и простого в осуществлении метода измерения размеров пор пористых объектов. Кроме того, определение размера пор необходимо для понимания процессов, происходящих в жидкостях, заполняющих пористые структуры. Пористые объекты не ограничиваются конкретными образцами и могут представлять собой, например, пористые стекла, искусственные опалы, молекулярные сита, пористый оксид алюминия и другие.

Уровень техники

Пористые материалы широко используются в различных областях техники. Как правило, такие материалы содержат трехмерную сеть связанных и/или изолированных между собой полостей различного размера и формы. Одной из важнейших качественных характеристик пористых материалов является средний размер пор, а также распределение пор по размерам. Указанные характеристики определяют свойства указанных материалов и их возможные варианты применения на практике. В этой связи обеспечение удобного и надежного способа определения размера пор представляется важной практической задачей. Традиционными способами определения диаметра пор (порометрии) являются адсорбционный метод (1) [E.P. Barrett, L.G. Joyner, P.H. Halenda, J. Am. Chem. Soc. 73, 373 (1951)] и ртутная порометрия (2) [H.L. Ritter, L.C. Drake, Ind. Eng., Anal. Ed. 17, 782 (1945)]. Адсорбционный метод основан на получении изотермы адсорбции и вычислении размера пор на ее основании с использованием различных вычислительных методов. Для получения изотермы адсорбции газ, например азот, закачивают в поры исследуемого объекта при пониженной температуре под давлением. Далее понижают давление и измеряют количество адсорбированного газа, получая изотерму адсорбции, и вычисляют размер пор. Одним из основных недостатков адсорбционного метода является продолжительность измерения - измерение одного образца может длиться до 40 ч в зависимости от необходимого разрешения и используемого газа. Кроме того, на результаты измерения влияет структура пористой сети. Например, при наличии больших открытых пор жидкость будет испаряться из них быстрее, чем из глубоких пор такого же размера. Другим недостатком данного метода является верхняя граница измерения, составляющая около 300 нм. Кроме того, в данном методе существует несколько наиболее распространенных моделей для обсчета экспериментальных данных, результаты которых могут существенно отличаться друг от друга, внося неопределенность в результаты анализа.

Ртутная порометрия представляет собой наиболее распространенный метод исследования характеристик пористых материалов с объемом пор от 3,5 нм до 500 мкм. Данный метод обладает преимуществом по сравнению с адсорбционным методом, заключающимся в существенно более быстром измерении - продолжительность измерения составляет от 30 до 45 мин. Тем не менее такой метод позволяет определить лишь наибольший размер входа в пору, но не реальный внутренний размер пор. В связи с этим данные, полученные этим методом, требуют дополнительной интерпретации и статистической обработки, включающей множество допущений, касающихся пористой структуры исследуемого объекта. При наличии пор нестандартной формы ("бутылочных горлышек") и взаимосвязанных пор, ртутная порометрия дает завышенные значения для пор наименьшего размера. В то же время поры большего размера, имеющие узкий вход, определяются как поры меньшего размера, то есть данный метод дает заниженные значения для пор большего размера. Также данный метод имеет дополнительный недостаток, связанный с тем, что результат измерения зависит от того как повышается давление - ступенчато или непрерывно. Таким образом результаты, полученные при разных режимах давления, не подлежат сравнению. Также существенным недостатком ртутной порометрии является токсичность ртути. Использование ртути может негативно сказываться на здоровье персонала, а кроме того, требует повышенных мер безопасности и специализированных средств утилизации. Во многих странах разрабатывают и вводят законодательные ограничения на использование ртути, поэтому разработка новых методов без использования токсичных металлов является перспективной.

Известны также более современные методы изучения размера пор пористых материалов с применением ядерно-магнитного резонанса (ЯМР). Одним из таких методов является метод крипорометрии, предложенный Стрэйндж и др. (3) [Strange J.H., Rahman M., Smith E.G., Phys. Rev. Letters., 71, 21, 3589 (1993)]. Метод крипорометрии основан на эффекте Гиббса-Томсона, заключающемся в том, что пространственно ограниченные жидкости имеют отличную от основной массы жидкости температуру плавления. Сдвиг точки фазового перехода при этом пропорционально зависит от размера пор. Измерение

проводится путем закачки жидкости, например циклогексана, в поры, охлаждения до замерзания (до -100-150°C за счет эффекта Гиббса-Томпсона), а затем постепенного нагревания с измерением образующейся жидкости при помощи ЯМР спектроскопии. Недостатком данного метода является необходимость использования специального оборудования для охлаждения образцов до высоких отрицательных температур. Другим недостатком данного способа является более узкий диапазон измеряемых диаметров пор по сравнению с ртутной порометрией. Криопорометрия позволяет измерять поры с диаметром от 1 нм до 10 мкм, тогда как ртутная порометрия позволяет измерять поры диаметром до 300 мкм. Еще одним недостатком криопорометрии является продолжительность измерений, так как метод требует медленного нагрева рабочей жидкости и измерения спектра ЯМР и времени релаксации T_2 с шагом в несколько градусов в широком температурном диапазоне, соответственно измерение одного образца может занимать от 4 ч и более, как правило, на практике до 20-30 ч.

В заявке на патент (4) США 2013/0042670 А1 описан способ определения распределения размера пор в пористом материале под названием "эвапориметрия". Способ основан на определении потери массы образца, пропитанного летучей жидкостью при постоянной температуре. Скорость испарения жидкости может быть соотнесена с распределением размера пор, так как жидкость испаряется из пор большего размера быстрее, поскольку давление пара в порах меньшего размера выше. Одним из недостатков данного способа является увеличение погрешности с ростом диаметра пор. Так, данный способ не позволяет достаточно точно определять поры более 150 нм. Другим недостатком данного способа является тот факт, что при использовании смачивающих жидкостей, таких как 2-пропанол, на поверхности пор образуется "t-слой" нанотолщины, который не испаряется и приводит к заниженным показаниям диаметра пор.

Известен наиболее близкий к заявленному изобретению способ, описанный в заявке на патент (5) США 20140002081 А1 (прототип). Данный способ является способом измерения параметров пористых объектов с помощью ртутной порометрии и ЯМР и заключается в закачке ртути в поры образца при заданном давлении или серии различных давлений, измерении объема жидкости, вошедшего в поры при каждом давлении, а также измерении сдвига Найта ядер ртути или измерения времени спин-решеточной и спин-спиновой релаксации T_1 и T_2 . Недостатком данного способа является, как и в случае простой ртутной порометрии, использование в измерении токсичной ртути. Кроме того, эта техника является сложной в реализации, так как требует размещения устройства для закачки ртути в сам магнит.

С учетом указанного уровня техники и известных недостатков задача изобретения заключается в обеспечении быстрого и эффективного способа измерения размера пор в пористых материалах, повышенной точности, при комнатной температуре или температуре близкой к комнатной, с использованием безопасных для здоровья специалистов, осуществляющих указанный способ, веществ.

Вышеуказанная задача решена авторами настоящего изобретения путем обеспечения способа определения размера пор с использованием галлия и сплавов на основе галлия, дополнительно включающих по меньшей мере один из металлов, выбранных из олова и индия, сущность которого будет понятна из нижеследующего описания. С учетом указанного уровня техники и известных недостатков, одна задача настоящего изобретения заключается в обеспечении быстрого и эффективного способа измерения размера пор в пористых материалах.

Раскрытие изобретения

Сущность заявленного изобретения заключается в способе определения диаметра пор (d) пористого объекта, в котором:

(а) вводят жидкий галлий или один из сплавов, находящихся в жидком состоянии, и выбранных из группы эвтектических галлийсодержащих сплавов в указанный пористый объект;

(b) измеряют спектр ядерного магнитного резонанса на ядрах галлия в жидком галлии или в одном из сплавов, находящихся в жидком состоянии и выбранных из группы эвтектических галлийсодержащих сплавов, в указанном объекте с определением сдвига Найта (K) по полученному ЯМР-спектру;

(с) измеряют спектр ядерного магнитного резонанса (ЯМР) на ядрах галлия в жидком галлии или в одном из сплавов, находящихся в жидком состоянии и выбранных из группы, эвтектических галлийсодержащих сплавов, с определением сдвига Найта (K_b) по полученному ЯМР-спектру;

(d) определяют диаметр пор указанного пористого объекта по формуле

$$d = -d_0 \ln[(K_b - K) / \alpha K_b] \quad (1)$$

где α принимает значения от 0,01 до 0,3;

d_0 принимает значения от 1 до 7 нм.

Авторами заявленного изобретения при исследовании и апробации способа было обнаружено, что значения сдвига Найта в сплавах, выбранных из группы, эвтектических галлийсодержащих сплавов, находящихся в пространственно ограниченном состоянии (в состоянии "конфайнмента"), другими словами, внутри пор пористого объекта, уменьшаются при уменьшении размера пор.

Сдвиг Найта представляет собой изменение резонансной частоты ядерного магнитного резонанса при его наблюдении в металлах по сравнению с резонансной частотой для изолированного ядра. Другими словами, ядро одного и того же элемента будет иметь различную резонансную частоту ЯМР в зави-

симости от того, наблюдается ли резонанс в металлическом или неметаллическом состоянии вещества (например, металлический натрий и хлорид натрия).

Величина сдвига Найта определяется по формуле

$$K = (\omega_m - \omega_0)/\omega_0 \quad (2)$$

где ω_0 - резонансная частота для изолированного ядра;

ω_m - резонансная частота ядра в металле.

В зависимости, представленной формулой (1), K_b представляет собой сдвиг Найта для ядер галлия в объемном состоянии чистого галлия или сплава; K представляет собой сдвиг Найта для ядер галлия в веществе, находящемся в порах исследуемого объекта; d представляет собой искомый диаметр пор; α и d_0 представляют собой подстановочные коэффициенты, различные для разных сплавов галлия, определяемые эмпирическим путем.

Без привязки к конкретной теории авторы предполагают, что изменения в сдвиге Найта обусловлены пространственными вариациями в плотности электронов на уровне Ферми, вызванные поверхностными эффектами, которые увеличивают влияние отношения поверхности к объему на суммарный электронный спин.

Для определения среднего диаметра пор способом согласно настоящему изобретению строят калибровочную кривую путем измерения ряда образцов пористого материала одинаковой природы с известным различным диаметром пор. Диаметр пор калибровочных образцов может быть предварительно определен одним из известных методов, например методом ртутной порометрии, адсорбционным методом или криопорометрии. На основании полученных данных находят подстановочные коэффициенты α и d_0 для данного конкретного сплава или чистого галлия

После нахождения подстановочных коэффициентов приступают к измерению среднего диаметра пор исследуемого материала. При необходимости материал подготавливают путем помещения в условия пониженного давления с целью его дегазации и деконтаминации. Далее в материал вводят чистый галлий или сплав, выбранный из группы эвтектических галлийсодержащих сплавов, под давлением при комнатной температуре. Степень заполнения пор достигает около 70-90%, и ее определяют путем измерения массы материала до и после заполнения. При необходимости для удобства последующего анализа из материала вырезают образцы меньшего размера. Поверхность образцов очищают от остатков объемного сплава.

Спектры ЯМР получают при комнатной температуре. Определяют сдвиг Найта по формуле (2) исходя из полученных данных и известных резонансных частот для атомов галлия, например для резонансной линии в кубическом монокристалле GaAs или другой соли галлия. Далее определяют средний диаметр пор по формуле (1).

В рамках проводимых исследований авторами настоящего изобретения были разработаны сплавы на основе галлия, пригодные для определения размера пор пористых объектов.

В качестве эвтектических галлийсодержащих сплавов могут быть использованы галлий-индий (Ga-In), галлий-олово (Ga-Sn) и галлий-индий-олово (Ga-In-Sn) для определения диаметра пор пористого объекта.

Предложенный способ определения диаметра пор пористого объекта с применением чистого галлия или одного из сплавов, выбранных из группы эвтектических галлийсодержащих сплавов для определения диаметра пор пористого объекта, позволяет достичь следующие технические результаты.

Измерение среднего диаметра пор пористого объекта согласно изобретению удастся осуществить с применением безопасных не токсичных металлов, что в свою очередь определяет повышенную безопасность способа и применения, не требует специальной токсикологической обработки оборудования и специальной утилизации образцов, и, как следствие, не несет рисков для здоровья персонала.

Заявленное изобретение позволяет проводить измерения диаметра пор пористого объекта при комнатной температуре, что позволяет сократить общих расход энергии, затрачиваемой на определение размера пор.

Заявленное изобретение позволяет значительно сократить время измерения до примерно 10-30 мин на один образец по сравнению с известными способами, включая способы криопорометрии, адсорбционной порометрии и ртутной порометрии.

Заявленное изобретение позволяет упростить измерения и расчеты по сравнению с известными способами.

Заявленное изобретение позволяет повысить точность определения диаметра пор в образцах, в частности образцах, характеризующихся большим размером пор.

Дальнейшие преимущества настоящего изобретения будут понятны из конкретных примеров реализации настоящего изобретения. Указанные примеры носят исключительно иллюстрирующий характер, не ограничивающий объем притязаний, заявленный в нижеследующей формуле изобретения.

Осуществление изобретения

Заявленный способ был апробирован в лабораторных условиях Санкт-Петербургского государственного университета.

Два пористых стекла разных марок с разным размером пор анализировали различными способами, включая способ согласно настоящему изобретению. По данным фирмы-производителя средний диаметр пор для данных стекол составляет 5,5 нм (образец 1) и 8 нм (образец 2) соответственно.

Все измерения по ЯМР-порометрии проводили на импульсном ЯМР спектрометре Bruker в магнитном поле 9,4 Тл.

Пример 1. ЯМР-криопорометрия.

Образцы подготавливали путем насыщения циклогексаном. Измерения проводили в широком температурном диапазоне температур (140-300 К) с шагом 5 К в режиме нагрева с предварительным охлаждением до 140 К. Для достижения низких температур в качестве хладагента использовался жидкий азот. При каждой температуре измеряли спектры ЯМР и времена спин-спиновой релаксации T_2 на ядрах ^1H (резонансная частота в данном поле составляет 400,13 МГц). ЯМР спектры ^1H измеряли при помощи одноимпульсной последовательности. Время T_2 измеряли при помощи последовательности CPMG (Carr-Purcell-Meinboom-Gill). Общее время, затраченное на измерение одного образца, составило 720 мин.

В результате обработки и анализа экспериментальных данных получили зависимость количества расплавленного циклогексана от температуры. Используя эту зависимость, рассчитали распределение пор по объему и вычислили значения среднего диаметра пор

Образец 1 $d=5,3$ нм

Образец 2 $d=8,5$ нм

Пример 2. Галлиевая ЯМР-порометрия с использованием чистого галлия.

В данном примере исследовали образцы 1 и 2, заполненные жидким галлием. Температура плавления чистого галлия составляет 302,9 К (29,8°C), поэтому предварительно галлий нагревали до 310 К, чтобы весь металл перешел в расплавленное состояние. Жидкий галлий вводили в поры пористых стекол под высоким давлением. Затем поверхность образцов тщательно очищали от объемного галлия.

Измерения проводили при комнатной температуре (температура плавления галлия в порах существенно понижается и при комнатной температуре весь галлий в порах находится в расплавленном состоянии).

Измеряли спектры ЯМР изотопов ^{71}Ga и ^{69}Ga . Резонансные частоты ^{71}Ga и ^{69}Ga в поле 9,4 Тл составляют 122,026 и 96,037 МГц соответственно. Спектры ЯМР измеряли при помощи одноимпульсной последовательности. Общее время, затраченное на измерение одного образца, составило 25 мин.

В результате анализа экспериментальных данных определяли сдвиг Найта и вычисляли средний размер пор для данных образцов по вышеуказанной формуле (1). Таким образом, получили следующие значения среднего диаметра пор

	d, нм
Образец 1	d=5,6
Образец 2	d=8,2

Пример 3. Галлиевая ЯМР-порометрия с использованием сплава Ga-In.

В данном примере исследовали образцы 1 и 2, заполненные сплавом Ga-In состава 85 мас.% Ga и 15 мас.% In. Сплав данного состава находится в жидком состоянии при комнатной температуре, поэтому для введения в поры не требовалось предварительного нагрева сплава. Жидкий галлий-индиевый сплав данного состава вводили в поры под высоким давлением. Затем поверхность образцов тщательно очищали от объемного сплава. Измерения проводили при комнатной температуре. Использовались те же методики измерения и расчетов, что и в примере 2. Общее время, затраченное на измерение одного образца, составило 20 мин.

Получили значения среднего диаметра пор

	d, нм
Образец 1	d=5,4
Образец 2	d=8,3

Пример 4. Галлиевая ЯМР-порометрия с использованием сплава Ga-Sn.

В данном эксперименте исследовали образцы 1 и 2, заполненные жидким сплавом галлий-олово состава 80 мас.% Ga и 20 мас.% Sn. Температура плавления сплава данного состава составляет 323 К, поэтому предварительно сплав нагревали до 330 К, чтобы весь сплав перешел в жидкое состояние. Жидкий сплав галлий-олово вводили в поры пористых стекол под высоким давлением. Затем поверхность образцов тщательно очищали от объемного галлия.

Измерения проводили при комнатной температуре (температура плавления галлия в порах существенно понижается и при комнатной температуре весь сплав данного состава в порах находится в жидком состоянии). Использовали те же методики измерения и расчетов, что и в методах 3 и 4. Общее время, затраченное на измерение одного образца, составило 25 мин.

Таким образом получили значения среднего диаметра пор

	d, нм
Образец 1	d=5,3
Образец 2	d=7,8

Пример 5. Галлиевая ЯМР-порометрия с использованием сплава Ga-In-Sn.

В данном примере исследовали образцы 1 и 2, заполненные тройным сплавом Ga-In-Sn состава 64 мас.% Ga, 24 мас.% In и 12 мас.% Sn. Сплав данного состава находится в жидком состоянии при комнатной температуре, поэтому для введения в поры не требовалось предварительного нагрева сплава (температура плавления сплава данного состава составляет 285 К). Жидкий сплав галлий-индий-олово данного состава вводили в поры под высоким давлением. Затем поверхность образцов тщательно очищали от объемного сплава. Измерения проводили при комнатной температуре. Использовали те же методики измерения и расчетов, что и в примерах 3-5. Общее время, затраченное на измерение одного образца, составило 20 мин.

Значения среднего диаметра пор составили

	d, нм
Образец 1	d=5,4
Образец 2	d=7,9

Результаты, полученные для среднего размера пор обоих образцов с помощью всех изложенных методов в рамках экспериментальной погрешности, равны и соответствуют значениям, указанным фирмой-производителем.

Таким образом, способы измерения среднего диаметра пор пористого объекта по настоящему изобретению, продемонстрированные в примерах 2-5, просты в выполнении и позволяют достоверно и точно определять размеры пор пористых объектов, а также позволяют существенно сократить время анализа по сравнению с традиционными способами (в среднем около 20 мин на 1 образец).

Кроме того, способы согласно изобретению обладают существенными преимуществами по сравнению с известными способами. В частности, в способы по настоящему изобретению не требуют обращения с токсичной ртутью, а также не имеют связанной с этим необходимости специального обращения с оборудованием, проблемы утилизации загрязненных ртутью образцов и риска для здоровья персонала.

Также, в сравнении со способом ЯМР криопорометрии (пример 1) способы по настоящему изобретению позволяют проводить измерения при комнатной температуре, не требуют охлаждения образцов до температур порядка -130°C , применения хладагентов и специального оборудования для низкотемпературных и высокотемпературных экспериментов, а также не требуют измерения времени спин-спиновой релаксации T_2 .

Способы с применением сплавов Ga-In и Ga-In-Sn (примеры 3 и 5) обладают преимуществом по сравнению со способом по примеру 2, заключающимся в том, что за счет низких температур плавления тройного сплава Ga-In-Sn и двойного сплава Ga-In данные сплавы находятся в жидком состоянии при комнатной температуре, таким образом, отсутствует необходимость их дополнительного прогрева перед закачкой в поры.

Настоящее изобретение не ограничивается только приведенными выше примерами вариантов реализации и включает любые альтернативные варианты реализации, очевидные явным образом для специалиста в данной области техники. Объем притязаний согласно настоящему изобретению определен нижеприведенной формулой изобретения.

Как показывают примеры апробации заявленного способа, технический результат заключается в сокращении времени измерения и анализа, повышении точности определения размера пор, сокращении энергетических затрат, повышении общей безопасности способа.

Список литературы

- (1) E.P. Barrett, L.G. Joyner, P.H. Halenda, J. Am. Chem. Soc. 73, 373 (1951).
- (2) H.L. Ritter, L.C. Drake, Ind. Eng., Anal. Ed. 17, 782 (1945).
- (3) Strange J.H., Rahman M., Smith E.G., Phys. Rev. letters., 71, 21, 3589 (1993).
- (4) Патент США № 2013/0042670 A1.
- (5) Патент США № 20140002081 A1 (прототип).

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ определения диаметра пор пористого объекта, заключающийся в том, что в поры исследуемого пористого объекта вводят жидкое несмачивающее вещество и измеряют сдвиг Найта ядра несмачивающего жидкого вещества, отличающийся тем, что в качестве несмачивающего жидкого вещества используют жидкий галлий или один из сплавов, выбранных из группы эвтектических галлийсодержащих сплавов, и при комнатной температуре измеряют сдвиг Найта для ядер галлия (K) в жидком веществе того же состава, что и у введенного в пористый объект, но в объемном виде, измеряют сдвиг Найта для ядер галлия (K_b), а средний диаметр пор исследуемого пористого объекта определяют по формуле

$$d = -d_0 \ln[(K_b - K) / \alpha K_b],$$

где подстановочные коэффициенты α и d_0 находятся для галлия или для конкретного галлийсодержащего сплава из калибровочной кривой, построенной для образцов с известным размером пор, и при этом α принимает значения от 0,01 до 0,3; d_0 принимает значения от 1 до 7 нм.

