

ИННОВАЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ДИСПЕРСНЫХ И ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

Подкаменный Ю.А., Носенко А.А.,

научный руководитель канд. техн. наук, доц., чл.-кор. РМА Половнева С. И.

НИ Иркутский государственный технический университет

Измерение удельной поверхности дисперсных и пористых материалов, широко используется как средство производственного контроля при технологических процессах.

Сегодня актуальны поиски автоматизированного устройства, для измерения удельной поверхности дисперсных и пористых материалов, простого в эксплуатации, с высокой скоростью протекания процесса и позволяющего удешевить измерения.

Известен адсорбционный способ измерения удельной поверхности сыпучих материалов, позволяющий измерять полную поверхность частиц с учетом пор и трещин, на основе газовой низкотемпературной физической адсорбции азота или аргона[1]. Метод низкотемпературной адсорбции азота, называемый методом Брунаэра, Эммета и Теллера (сокращенно БЭТ), по сравнению с другими методами газовой адсорбции хорошо обоснован как в теоретическом, так и в экспериментальном отношении и позволяет измерить поверхность в диапазоне от 0,1 до 2000 м²/г с относительной погрешностью 2-5%.

Общими признаками заявляемого способа со способом-аналогом являются адсорбция молекул газа на измеряемой поверхности пробы, возможность измерять полную поверхность частиц (с учетом пор и трещин).

Недостатки метода БЭТ:

1. Необходимость тренировки образца, которая предусматривает выдержку образца в потоке газа-носителя при значительных температурах (более 200°С). Многие образцы при таких температурах разрушаются.

2. Необходимость работы с жидкими газами, т.к. адсорбция идет при очень низких температурах, порядка -180 ÷ -200 °С.

3. Применение дефицитных благородных газов, таких, как аргон и гелий.

4. Низкая скорость процесса адсорбции, следовательно, и низкая производительность установки, реализующей способ.

5. Неавтоматизированность способа, что способствует повышенных мер безопасности при использовании.

6. Высокая себестоимость анализа.

Причина недостатков заключается в самом способе из-за применения низкокипящего газа-адсорбата, при использовании которого процессы адсорбции и

десорбции протекают медленно. Для достижения динамического равновесия и адсорбции (осаждения) молекул газа на поверхности частиц пробы необходимо охладить ее до сверхнизких температур. Этого можно достичь, применяя кипящий или сжиженный газ, попадание которого на кожу человека вызывает ожог. Из практики известно, термостат (криостат) на жидком газе трудно автоматизировать.

Однако все эти недостатки препятствуют внедрению данного метода на предприятиях, что послужило причиной разработки нового метода, так называемого высокотемпературного метода тепловой десорбции (ВМТД).

Технический результат заявляемого метода заключается в сокращении времени измерения в 3-4 раза при обеспечении основной относительной погрешности, не превышающей $\pm 5\%$, повышении производительности измерительного устройства путем исключения ручных операций переноса адсорбера и отказа от применения дорогих инертных газов и опасного сжиженного газа в качестве хладагента.

Технический результат достигается тем, что в способе определения удельной поверхности дисперсных и пористых материалов, включающем продувку испытуемого материала стационарным потоком газовой смеси, состоящей из паров адсорбата и газа-носителя, насыщение испытуемого материала парами адсорбата до установления динамического равновесия между газовой и адсорбционной фазами, десорбцию адсорбата при нагревании и измерение изменения концентрации адсорбата, согласно изобретению, насыщение испытуемого материала парами адсорбата до установления динамического равновесия между газовой и адсорбционной фазами, десорбцию адсорбата и измерение изменения концентрации адсорбата проводят в режиме автоматического регулирования температуры посредством устройства для определения удельной поверхности дисперсных и пористых материалов с автоматическим регулированием температуры, при этом в качестве адсорбата используют пары органического вещества с температурой кипения выше нуля градусов Цельсия, а в качестве газа-носителя используют воздух, при этом насыщение испытуемого материала парами адсорбата до установления динамического равновесия между газовой и адсорбционными фазами проводят при поддержании температуры объема и среды с испытуемым материалом $39-41^{\circ}\text{C}$, десорбцию адсорбата ведут путем нагревания до 100°C , о моменте полного насыщения образца парами адсорбата судят по токовому сигналу разбаланса детектора по теплопроводности устройства для определения удельной поверхности дисперсных и пористых материалов с автоматическим регулированием температуры, а о величине удельной поверхности материала судят по величине выходного токового сигнала $I_{\text{вых}}$.

Технический результат заявляемого способа, может быть, достигнут при использовании в качестве адсорбата, например, паров воды, бензола, четыреххлористого углерода и других высококипящих соединений.

Применение воздуха вместо гелия в качестве газа-носителя удешевляет анализ, позволяет исключить рабочие операции с сосудами под высоким давлением, то есть повышает безопасность работ.

Экономический эффект:

- отказа от применения дорогих инертных газов и опасного сжиженного газа в качестве хладагента;
- низкая себестоимость анализа (ниже в 5 раз);
- сокращение времени измерения в 3-4 раза при обеспечении основной относительной погрешности, не превышающей $\pm 5\%$

Контингент покупателей инновационного устройства:

- производство катализаторов и пигментов
- заводы по производству технического углерода
- цементная промышленность
- заводы по производству глинозема для алюминия
- научно-исследовательские и учебные лаборатории



Рисунок 1. Внешний вид автоматизированного устройства для измерения удельной поверхности дисперсных и пористых материалов.

Литература

1. Грег, Синг. Удельная поверхность, пористость. - М.: Мир, 1972. - 300 с.
2. Киселев А.В. Межмолекулярные взаимодействия в адсорбционной хроматографии. - М.: Высш. шк., 1986, стр.23
3. Патент RU 2248553, G01N 15/08, опубликован 20.03.2005
4. Патент RU 2376582, G01N15/08, опубликован 20.12.2009 (Половнева С.И., Захаров А.М., Головных И.М.)