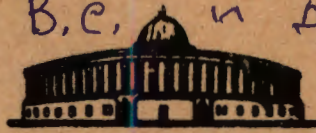


С 350

Б-245

Баращенко В.с. и др.

БЗ-14-9367.



5024/1-75

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

БЗ-14-9367

ДЕПОНИРОВАННАЯ ПУБЛИКАЦИЯ

Дубна 19 75

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ РЕАКЦИЙ

В.С.Барашенков, А.М.Задорожный, Л.И.Самойлова, С.П.Третьякова,
Н.Б.Хитрова

БЗ-14-9367

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРИСТОСТИ ЯДЕРНЫХ ФИЛЬТРОВ ЭЛЕКТРО-
ЛИТИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.

Копия
9 дек. 1975

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
БИБЛИОТЕКА

г.Дубна, 1975.

А Н Н О Т А Ц И Я

Изучена возможность определения пористости ядерных фильтров с помощью измерения сопротивления электролитической ванны с перегородкой из ядерного фильтра. Метод позволяет измерять пористость с точностью до 0,15%. Время одного измерения 5-10 мин.

I. ВВЕДЕНИЕ

Основными параметрами, характеризующими свойства ядерных фильтров, являются диаметр пор D и пористость $P = \frac{\pi D^2}{4} N$, где N - число пор на 1 см^2 поверхности фильтра.

Для определения пористости ядерных фильтров сейчас применяется два основных метода (1):

1. Микроскопический метод, основанный на непосредственном измерении с помощью оптического микроскопа диаметра поры и подсчет их числа на определенной площади фильтра.

Недостатком этого метода является то, что он применим лишь для пор $D \geq 0,8 - 1 \text{ мкм}$ и пористостью $P \leq 10\%$. При меньших порах очень велика ошибка в измерении D , а при больших пористостях возникает значительная ошибка в подсчете числа пор N из-за наложения соседних пор.

2. Газодинамический метод, основанный на измерении расхода газа, протекающего сквозь фильтр в режиме Пуазейля-Кнутсена при различных перепадах давления [2]. Метод применим для фильтров с порами $D 0,1 - 0,8 \text{ мкм}$. Его точность около 20%. (Оценку пористости P можно получить и для меньших пор, вплоть до $D \approx 0,07 \text{ мкм}$, однако точность таких измерений очень невелика).

Для измерения пористости фильтров с лучшей точностью, особенно в области диаметров пор $D < 0,1 - 0,2 \text{ мкм}$ весьма перспективным представляется электрохимический метод, основанный на измерении сопротивления в цепи тока, в которую включена электролитическая ванна с перегородкой из исследуемого ядерного фильтра [3]. Этот метод уже применялся для толстых фильтров ($\geq 1 \text{ мм}$) в Ленинградском Государственном университете (4).

То обстоятельство, что в отличие от других типов фильтров

ядерные фильтры обладают оквозными цилиндрическими фильтрующими каналами, позволяет надеяться, что электролитический метод будет здесь особенно эффективен.

К достоинствам этого метода относятся:

1. Широкий диапазон доступных для измерения значений R независимо от диаметра пор.
2. Высокая точность, характерная для всех электрических и электролитических измерений.
3. Экспрессность измерения составляет 5-10 минут.
4. Простота обработки результатов измерений.

В основе электролитического метода лежит способность растворов проводить электрический ток. Электрическое сопротивление такого раствора

$$R = \frac{\zeta \cdot l}{S}, \text{ ом}$$

где: ζ - удельное сопротивление столба электролита, ом·см

l - длина столба электролита, см

S - площадь поперечного сечения столба электролита, см²

Переносчиками электрического тока в растворе электролита являются ионы, образовавшиеся при его диссоциации. Если на пути движения ионов установить токонепроводящую диафрагму, то в предположении, что условия, определяющие прохождение электрического тока через эту диафрагму аналогичны условиям тока жидкости, соотношение (I) может быть представлено в виде

$$R = \frac{1}{\kappa} \frac{d}{F \cdot P}$$

где: R - сопротивление диафрагмы, пропитанной электролитом, ом

κ - удельная электропроводность, ом⁻¹см⁻¹

P - пористость, доли единицы (3)

d - толщина диафрагмы, см

F - площадь диафрагмы, см²

С помощью этого соотношения по измеренным величинам d, F, R, κ и определяется пористость P

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ

Электролитический метод использовался для исследования различных характеристик в применении к толстым фильтрам ~ 1 мм на кафедре коллоидной химии в ЛГУ (4).

При исследовании жестких фильтров (типа керамических) сопротивление R измерялось путем непосредственного подсоединения электродов к фильтру (при этом исключалась необходимость измерения сопротивления ячейки с фильтром и без него).

При исследовании мягких фильтров или диафрагм типа коллоидных, измерения проводились в специальной ячейке с электродами, не прилегающими к фильтру. Так как фильтры были достаточно толстыми, то сопротивление R было соизмеримо с сопротивлением столба электролита, заключенного между электродами и при этом ошибка измерения составляет 0,5%.

В нашем случае необходимо измерить сопротивление фильтра толщиной 4 - 15 мкм. Сопротивление такого фильтра на два-три порядка меньше, чем для толстого фильтра. Это требует значительно более точной методики измерений. Обычная конструкция ячейки и аппаратное оформление, которые использовались в ранее проведенных работах, не позволили измерить сопротивление ядерных фильтров с достаточной точностью.

На рис. 1 показана схема использованной нами установки. Важное значение при измерении R имеет конструкция и форма ячейки. В наших измерениях ячейка представляет собой два полированных плексигласовых диска 1 с проемами для электродов 2 (рис. 2). В качестве электродов была использована платина толщиной 0,8 мм, как химически инертный металл. Электроды при помощи эпоксидной смолы были вклеены в проемы дисков 2. Сверху в дисках сделаны сквозные от-

верстия 3 внутрь ячейки для заполнения ее 0,1N раствором *KCl*.

Диски соединялись между собой болтами, которые крепились в отверстиях 4.

Для воспроизводимости результатов измерения форма, расположение электродов и объем электролита во время измерений должны быть неизменными. Это было достигнуто с помощью полировки поверхностей соприкосновения.

Для увеличения сопротивления фильтра относительно сопротивления ячейки была использована кассета из пластика с небольшим количеством просверленных отверстий (21 шт) с диаметром $\sim 0,8$ мм (рис. 3).

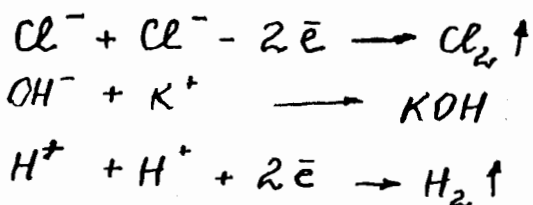
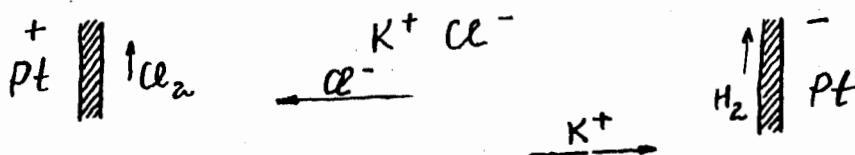
Площадь фильтра без кассеты равна $5,7 \text{ см}^2$, а при установлении кассеты рабочая площадь фильтра уменьшилась до $0,105 \text{ см}^2$, что дало увеличение сопротивления ячейки примерно в 5 раз, а сопротивления фильтра примерно в 25 раз. Это позволило измерять пористость с точностью 0,15%.

Для работы использовался 0,1N раствор *KCl*, так как по данным многих авторов (5) электролит такой концентрации исключает возможность появления поверхностной проводимости или увеличения удельной электропроводности в капиллярах пор. При разбавлении электролита увеличивается диффузионная часть двойного электрического слоя на поверхности капилляра, которая при наложении внешнего слоя увлекает за собой объем жидкости в капилляре. С другой стороны, увеличение концентрации раствора *KCl* уменьшает сопротивление электролита (6), что увеличивает ошибку измерений. Перед работой фильтры пропитывались 0,1 N раствором *KCl* в вакууме.

Измерение сопротивления фильтров проводилось с помощью обычного моста сопротивлений (рис.4). В качестве о - инструмента служил осциллограф с I-16 с чувствительностью 0,2 ома, что составляло ошиб-

ку при измерении пористости = 0,1%. Емкость С необходима для компенсации реактивной составляющей сопротивления. В нашей работе использовалась переменная емкость от 20 до 2000 пФ в зависимости от величины R реактивное (7).

В качестве источника тока был применен звуковой генератор ЗГ-12. Измерения проводились на частоте 6-8 кгц. Применение тока низкой частоты позволило избежать забивание электродов продуктами электролиза и соответственно увеличения сопротивления ячейки. Использование постоянного тока вело к образованию, оседавших на электродах, пузырьков Cl_2 и H_2 , благодаря следующему процессу:



Из приведенных реакций видно, что кроме забивания электродов пузырьками газа, при этом изменяется и концентрация электролита.

После сборки и заполнения ячейки раствором электролита, ячейка опускалась в ванночку с 0,1N раствором KCl для термостабилизации в течение работы.

Сигнал на экране осциллографа получали в виде вертикальной линии, что позволило более точно определить минимальную величину сигнала.

Сопротивление фильтра, пропитанного электролитом, определялось как разность сопротивлений ячейки с фильтром и без фильтра:

$$\Delta R \equiv R = R_{\text{эл сф}} - R_{\text{эл}} \quad (3)$$

Ошибка при измерении пористости, связанная со сборкой и разборкой ячейки, составляла 0,05%. Суммарная ошибка $\Delta R/R = 0,15\%$.

Результаты измерений приведены в таблице I.

Для увеличения точности был определен коэффициент обтекания ячейки электрическим током - k .

Для этого было измерено сопротивление ячейки с необлученной и химически необработанной лавсановой пленкой вместо фильтра -

Общее сопротивление ячейки без фильтра

$$R'_{обц} = \frac{R_0 \cdot R_{эл}}{R_0 + R_{эл}}; \text{ ом}$$

где R_0 - сопротивление, обусловленное током обтекания (ом),

$R_{эл}$ - сопротивление кассеты и столба электролита, заключенного между электродами (ом).

Общее сопротивление ячейки с фильтром

$$R''_{обц} = \frac{R_0 (R_{эл} + R)}{R_0 + R_{эл} + R}$$

где R - сопротивление фильтра, пропитанного электролитом (ом).

Согласно формуле (3)

$$\Delta R = R''_{обц} - R'_{обц} = \frac{R_0 (R_{эл} + R)}{R_0 + R_{эл} + R} - \frac{R_0 \cdot R_{эл}}{R_0 + R_{эл}}$$

где ΔR - измеренное сопротивление (ом), поскольку R мало по сравнению с $R_0 + R_{эл}$, то мы пренебрегаем R и получаем, что

$$\Delta R = \frac{R_0}{R_0 + R_{эл}} \cdot R$$

После определения R_0 получаем

$$k = \frac{R_0}{R_0 + R_{эл}} = 0,8$$

$$\text{т.е. } \Delta R = 0,8 R, \quad R = \frac{\Delta R}{0,8}$$

Окончательно пористость

$$P = \frac{80 \cdot e}{\Delta R \cdot H \cdot F}, \%$$

Коэффициент обтекания при проведении опытов № 6, 7, 8 (см. таблицу) был равен 0,85 из-за изменения конструкции ячейки.

3. ВЫВОДЫ :

Проведенные измерения показали возможность применения данного метода для определения пористости ядерных фильтров с очень высокой точностью $\Delta P/P = 0,15\%$.

Разработанная конструкция измерительного устройства позволяет получать хорошую воспроизводимость результатов измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Акапьев Г.Н. и др. "ОИЯИ, Б-1-14-8214". Лубна, 1974
2. Дашман С. "Научные основы вакуумной техники", Инлит, Москва, 1950
3. Стендер В.В. "Диафрагмы для электролиза водных растворов" Госхимиздат, 1948
4. "Электрокинетические свойства капиллярных систем". АН СССР, Москва-Ленинград, 1956
5. Григоров О.Н., Карпова И.Ф. и др. "Руководство к практическим работам по коллоидной химии", "Химия", Москва-Ленинград, 1964
6. Болдырев А.И. "Физическая и коллоидная химия", "Высшая школа", Москва, 1974
7. Ромашов П.П., Калашников П.М. "Руководство к лабораторным работам по курсу "Радиотехнические материалы и радионетали и описание основных радиоизмерительных приборов и установок" чч I и II, издание ВВИА им.проф.Муковского, 1957

ТАБЛИЦА № I.

№ ОПЫТА	1	2	3	4	5	6	7	8
R , Ом	34,2	7,1	39,9	10	5,4	10,0	13,3	21
$R\%$	1,42	6,9	1,2	4,9	9	5,1	3,8	2,5
D , [МКСМ]								
(газов. установка)	-	0,45	-	0,72	0,81	0,52	0,47	0,3
$R\%$ (газов. установка)	-	6,8	-	4,5	8,1	3,5	3,3	2,9

R - сопротивление фильтра, пропитанного 0,1N раствором KCl , Ом.

P - пористость, полученная из расчета по электросопротивлению.

D - эфф. диаметр фильтра, измеренной на газовой установке.

P (газов) - пористость, рассчитанная по газодинамическому методу.

ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

Рис.1. Схема установки для измерения пористости ядерных фильтров.

1. Генератор звуковой частоты ЗГ-12.
2. Мост сопротивлений.
3. Переменная емкость.
4. Осциллограф СИ-16.
5. Ячейка.

Рис.2. Ячейка для измерения пористости ядерных фильтров.

1. Плексигласовый диск
2. Прорез для электрода.
3. Сквозные отверстия для заполнения ячейки электролитом.
4. Отверстия под болты.

Рис.3. Кассета из пластика.

1. Отверстия $\varnothing 0,8$ мм.

Рис. 4. Электрическая схема установки для определения пористости ядерных фильтров.

$Z_1; Z_2; R_T$ - известные сопротивления моста

R - сопротивление фильтра

ЗГ - генератор звуковой частоты

СИ-16 - осциллограф.

Селу - Мисс -
Мисс - Мисс -
А. Зад -

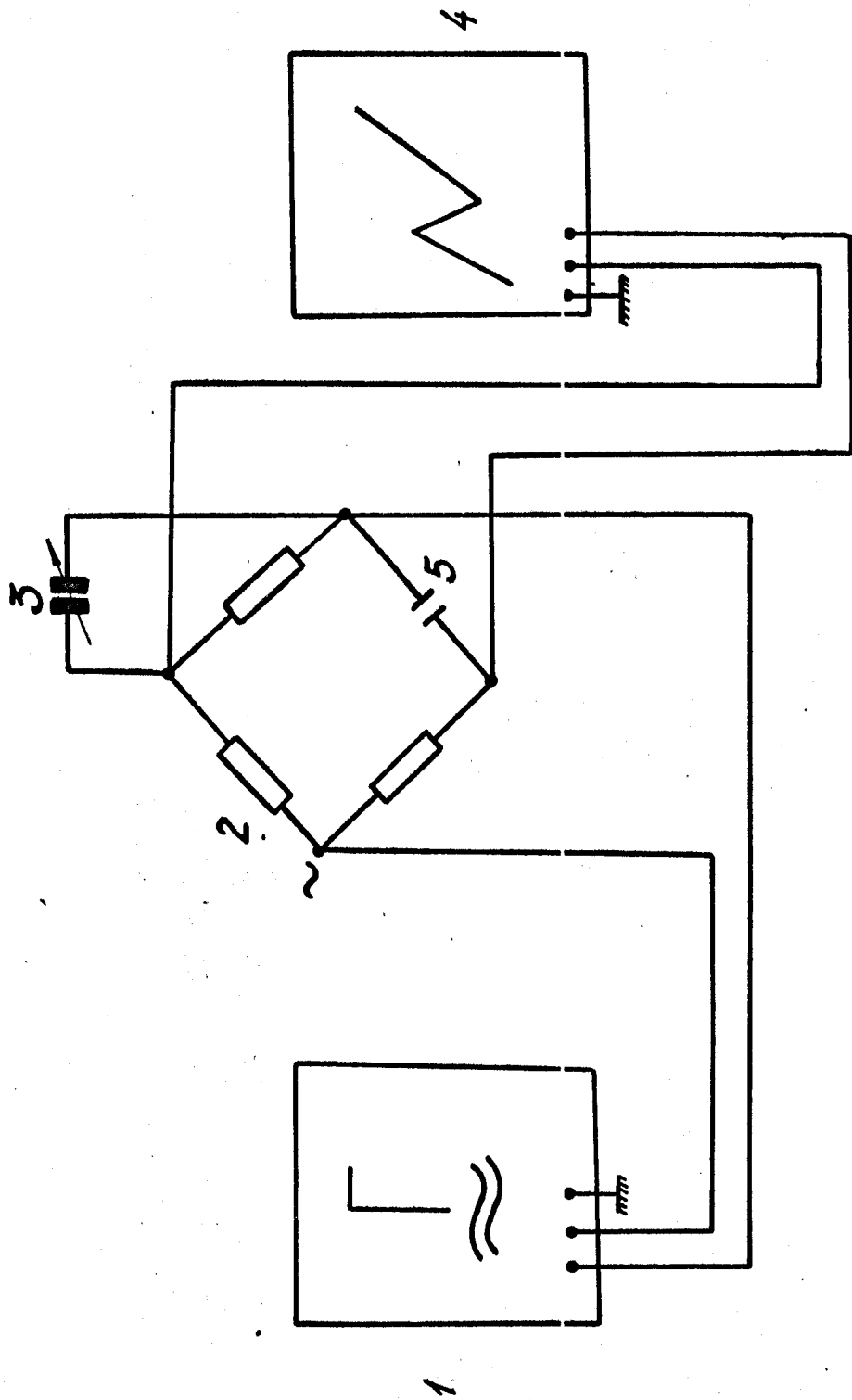


Рис. №1

- 1- Генератор звуковой частоты ЗГ-12
- 2- Мост сопротивлений
- 3- Переменная ёмкость.
- 4- Осциллограф.
- 5- Ячейка

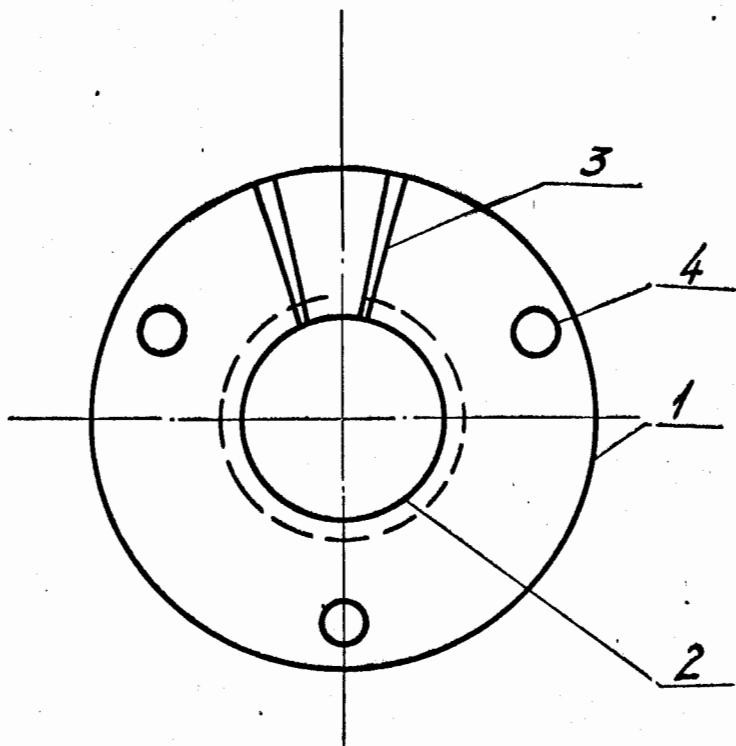


Рис.2

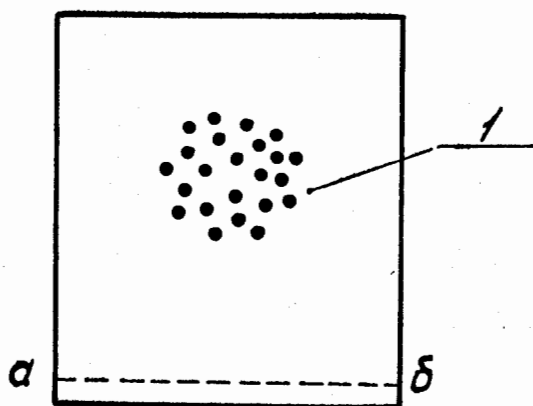


Рис.3

Кассета из пластика. Две детали скрепленные между собой по линии аб.

Электрическая схема

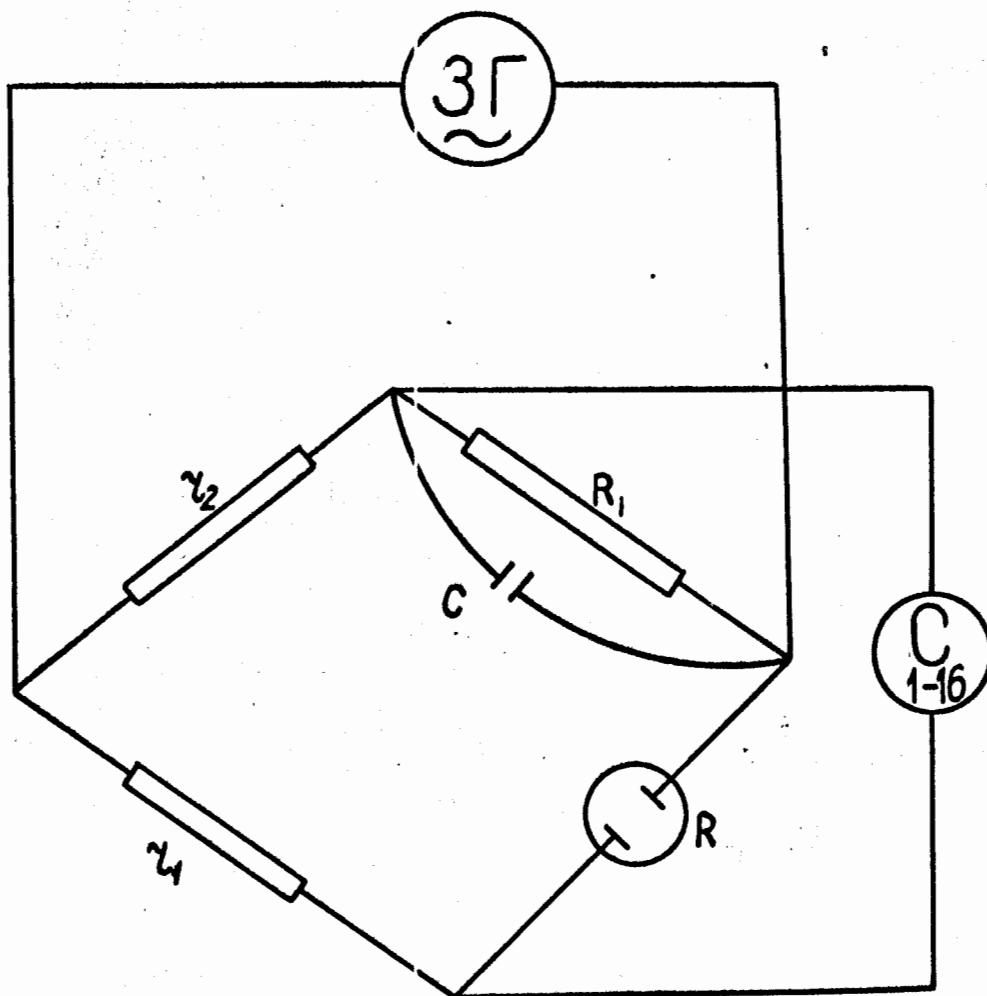


Рис. 4