

压汞仪的低压性能

——可测量的最大孔径

压汞仪的低压范围与可测量孔径范围的上限有关。大部分压汞仪制造商使用低压模块首先将汞填充到膨胀计的样品杯中。第一步是将膨胀计抽真空（如 Figure 1 所示），这样汞才可以进入并填充到所有可进入的空隙。图 1 中的第二步是膨胀剂杆已充满汞，样品杯里也已经填入足够的汞，使得样品漂浮在样品杯的顶端，但汞液面并未达到样品杯的顶端。

第三步，汞液面上升直至接触到传感器，此传感器将激活一股电流，关闭蓄汞池的阀门，并且保持管路中的汞液面在一定的高度。当样品杯全部填满汞后，测量汞的柱头压力的参考点是将样品杯的顶部。由于汞是液体，所以样品杯中汞的液面会趋于与带有液面传感器的管路中汞的液面相平，并且，汞会进入颗粒间隙孔和大于临界尺寸的孔中（如图 1 中第三步的插图所示）。使用 Washburn 方程来计算临界尺寸，汞填充膨胀剂过程中空隙范围内的孔已被填满。

尽管样品杯中的压力可以被抽到 1mmHg 以下，但由于柱头压力，在液体汞垂直方向上仍然会存在压力梯度。例如，汞在深度 30mm 的样品杯中，从杯顶到杯底分别有 0-30mmHg 的压力梯度。

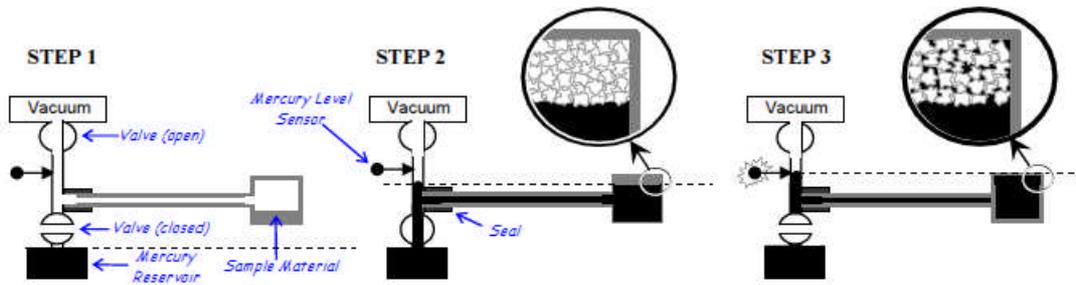


FIGURE 1. The initial filling of a penetrometer containing sample material. Mercury invades some of the larger voids and pores during the filling process.

表 1 说明了头压与填充孔径的关系，同时也考虑了接触角对空隙或孔径大小的影响。最左边的一列是以 mmHg 为单位的压力，与池顶端到测量头压位置的深度相关。

图 2 说明了压汞仪表征大孔尺寸的难点。一个整体的多孔体（以其横截面显示）封闭在内径为 20mm 的样品杯中。假设膨胀计已经被填满并且即将开始低压分析。也就是说，图 2 所表示的是分析的起始状态。在此例子中，接触角设为 135°。注意图中的标尺并不适用于说明颗粒和孔尺寸，仅适用于说明膨胀计尺寸。为了说明头压对孔填充的影响，颗粒和孔尺寸大大放大。

膨胀计右侧的尺寸为从样杯顶端到样品的深度。由于尺寸为毫米级，这个尺寸也描绘了样品杯中汞垂直方向上的头压梯度(mmHg)，因此，样品同时受到沿着它的垂直范围的范围从 0 到 18 毫米汞柱左右的压力。结果就是在样品上端的孔可能未被汞填充而位于中间相同尺寸的孔确已被填满。

上述事实提出一个问题：仪器制造商怎么确定这台仪器的可测量孔径范围的上限？

如果制造上声称他们的仪器可以测量的孔径最大可到 360 μm，这意味着什么呢？再一次假设接触角为 135°，这就意味着样品位于低于样杯顶部 30mm 的位置，否则 360 μm 孔已经被填满且在下一个压力阶段剩余的 360 μm 被填充过程中这些孔的体积已被占据。其结果将是低估孔隙体积的大小。

举一个可能导致这种错误的例子，假设样品质量的 50%都位于低于样杯顶端 30mm 的区域内，这就意味着 50%大于 360μm 孔已经被填充。在下一个压力阶段，只有(假设)350-360μm 的孔

被填充, 进汞体积有约 50%的错误.

TABLE 1. Mercury Head Pressure and Pore Sizes Filled at These Pressures									
Pressure Produced as a Function of Depth				Mercury-to-Solid Contact Angle (degrees)					
Pressure mmHg	Pressure (psi)	Pressure dyne/cm ²	Pressure Pascals	125	130	135	140	145	
				Maximum Size Pore (μ) Unfilled at Current Pressure					
1	0.019	1.33E+03	133	8346	9353	10289	11147	11920	
2	0.039	2.67E+03	267	4173	4677	5145	5573	5960	
3	0.058	4.00E+03	400	2782	3118	3430	3716	3973	
4	0.077	5.33E+03	533	2087	2338	2572	2787	2980	
5	0.097	6.67E+03	667	1689	1871	2058	2229	2384	
6	0.116	8.00E+03	800	1391	1559	1715	1858	1987	
7	0.135	9.33E+03	933	1192	1336	1470	1592	1703	
8	0.155	1.07E+04	1067	1043	1169	1286	1393	1490	
9	0.174	1.20E+04	1200	927	1039	1143	1239	1324	
10	0.193	1.33E+04	1333	835	935	1029	1115	1192	
11	0.213	1.47E+04	1467	759	850	935	1013	1084	
12	0.232	1.60E+04	1600	696	779	857	929	993	
13	0.251	1.73E+04	1733	642	719	791	857	917	
14	0.271	1.87E+04	1867	596	668	735	796	851	
15	0.290	2.00E+04	2000	556	624	686	743	795	
16	0.309	2.13E+04	2133	522	585	643	697	745	
17	0.329	2.27E+04	2266	491	550	605	656	701	
18	0.348	2.40E+04	2400	464	520	572	619	662	
19	0.367	2.53E+04	2533	439	492	542	587	627	
20	0.387	2.67E+04	2666	417	468	514	557	596	
21	0.406	2.80E+04	2800	397	445	490	531	568	
22	0.425	2.93E+04	2933	379	425	468	507	542	
23	0.445	3.07E+04	3066	363	407	447	485	518	
24	0.464	3.20E+04	3200	348	390	429	464	497	
25	0.483	3.33E+04	3333	334	374	412	446	477	
26	0.503	3.47E+04	3466	321	360	396	429	458	
27	0.522	3.60E+04	3600	309	346	381	413	441	
28	0.541	3.73E+04	3733	298	334	367	398	426	
29	0.561	3.87E+04	3866	288	323	355	384	411	
30	0.580	4.00E+04	4000	278	312	343	372	397	
	1.55E+06	30,000	2.07E+09	2.07E+08	0.0054	0.0060	0.0066	0.0072	0.0077
	3.10E+06	60,000	4.14E+09	4.14E+08	0.0027	0.0030	0.0033	0.0036	0.0039

For the pressures shown in the left four columns, all pores larger than the sizes shown in right five columns are filled.

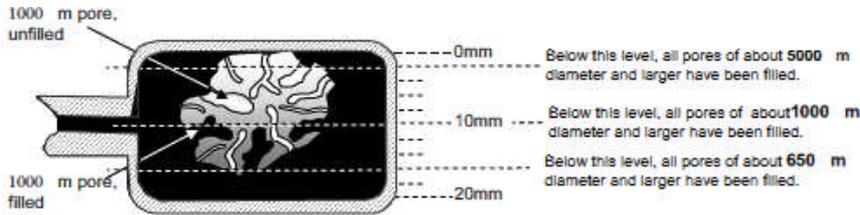


FIGURE 2. The effect of head pressure on pore filling. Note that pores of the same size are not filled toward the top of the sample cup, but are filled when at deeper positions. (Not to scale!)

最后的问题是:头压对高压范围(最小孔径)有什么影响? 相同的压力偏移发生在高压范围内的,事实上,头压影响更大因为膨胀计位置是杯朝下杆朝上, 所以样品可能在汞面以下 24 cm (240 mm/Hg 头压). 如果不修正压力读数, 有可能在高压范围的低端引入高达 10%压力错误. 然而, 麦克公司的压汞仪可以消除膨胀计从低压站转移到高压站时产生的汞头压的影响. 首先, 仪器自动检查并确保低压分析设置终止压力等于或者大于膨胀计倒置时产生的头压. 如不是, 则分析警告. 第二, 操作程序调整高压传感器的读数并报告校正头压. 校正头压为引起进汞的压力, 并不是传感器测量的压力.