



(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2022 116 546.9**

(22) Anmeldetag: **01.07.2022**

(43) Offenlegungstag: **04.01.2024**

(51) Int Cl.: **G01N 15/08 (2006.01)**

(71) Anmelder:

Anton Paar GmbH, Graz, AT

(74) Vertreter:

**Dilg, Haeusler, Schindelmann
Patentanwalts-gesellschaft mbH, 80636 München,
DE**

(72) Erfinder:

Schütz, Denis, Graz, AT; Nell, Bernhard, Graz, AT

(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE	29 45 236	C2
DE	10 2016 201 422	A1
DE	10 2018 009 800	A1
US	6 178 808	B1
US	2008 / 0 276 690	A1
EP	1 882 173	B1

Rechercheantrag gemäß § 43 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Porositätsmessung unter Verwendung eines Intrusionsmittels auf Galliumbasis**

(57) Zusammenfassung: Es wird eine Vorrichtung (100) zur Bestimmung einer Information beschrieben, die eine Porosität einer Probe (111) anzeigt, wobei die Vorrichtung Folgendes umfasst:

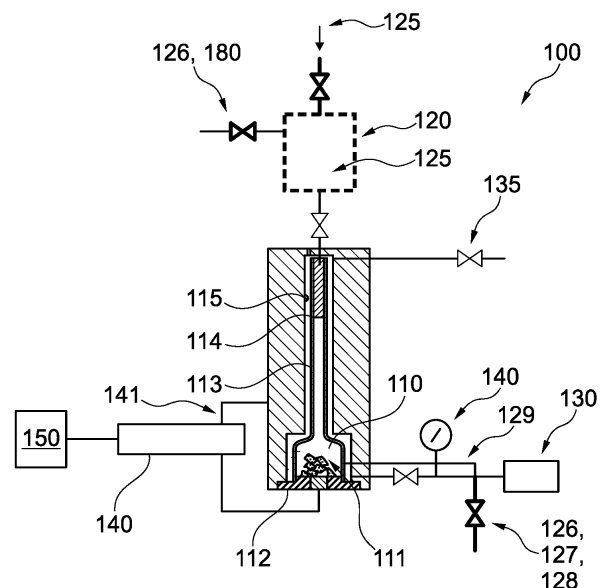
i) eine Messkammer (110), die zur Aufnahme der zu messenden Probe (111) konfiguriert ist;

ii) ein Intrusionsmittelreservoir (120), das so konfiguriert ist, dass es der Messkammer (110) das Intrusionsmittel (125) bereitstellt;

iii) eine Druckvorrichtung (130), die konfiguriert ist, um ein Druckprofil an die Messkammer (110) anzulegen, so dass das Intrusionsmittel (125) in mindestens einen Teil der Poren der Probe (111) gepresst wird; und

iv) eine Bestimmungsvorrichtung (150), die so konfiguriert ist, dass sie die Information, die die Porosität der Probe (111) anzeigt, auf der Grundlage des gemessenen Drucks bestimmt.

Das Intrusionsmittel (125) umfasst Gallium oder eine Galliumlegierung, und die Vorrichtung (100) ist so konfiguriert, dass sie reduzierende oder inerte Bedingungen in Bezug auf das Intrusionsmittel (125) bereitstellt.



Beschreibung

Gebiet der Erfindung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Bestimmung einer Information, die eine Porosität einer Probe anzeigt. Ferner betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Bestimmung der Information, z.B. unter Verwendung der Vorrichtung. Ferner betrifft die Erfindung eine Verwendung von Gallium oder einer Galliumlegierung als Intrusionsmittel bei einer Porositätsmessung.

[0002] Die Erfindung kann somit das technische Gebiet der Messtechnik, insbesondere der Porositätsmessung, betreffen.

Technischer Hintergrund

[0003] Eine Mehrzahl von Materialien weist Poren und dementsprechend eine messbare Porosität auf. Die Porosität ist ein Maß für die Hohlräume (Leerräume) in einem Material und kann beispielsweise als Volumenanteil der Hohlräume am Gesamtvolumen des Materials, z.B. in Prozent, angegeben werden. Die Porosität eines Materials kann in vielen technischen Bereichen eine wichtige oder sogar entscheidende Information sein, z.B. in der Pharmazie, der Keramik, der Metallurgie, der Materialwissenschaft, dem Maschinenbau, der Geologie, der Hydrologie usw.

[0004] Zur Messung der Porosität einer Probe wurden verschiedene Messverfahren entwickelt, z.B. optische Messungen (z.B. unter Verwendung eines Mikroskops), tomografische Messungen (z.B. CT-Scanning), Wasserverdunstungsmessungen, Gasausdehnungsmessungen und Quecksilberintrusionsmessungen.

[0005] Die Quecksilberintrusion kann als die am weitesten verbreitete und wirtschaftlich wichtigste Porositätsmessung angesehen werden. Bei dieser Technik wird eine nicht benetzende Flüssigkeit (d.h. Quecksilber) unter hohem Druck in ein Material innerhalb eines Porosimeters eingeleitet. Die Porengröße kann auf der Grundlage des äußeren Drucks bestimmt werden, der ausgeübt wird, um das Quecksilber gegen die entgegengesetzte Kraft der Oberflächenspannung der Flüssigkeit in die Poren zu drücken. Die Bestimmung der Porengröße erfolgt insbesondere mit Hilfe der Washburn-Gleichung. Darüber hinaus können durch Messungen der Quecksilberintrusion (und -extrusion) auch weitere porenbezogene Eigenschaften wie Porendurchmesser, Gesamtporenvolumen und Oberflächenbereiche bestimmt werden.

[0006] Die primären Messgrößen sind das Volumen des eingedrungenen Quecksilbers und der entspre-

chende angewandte Druck. Darüber hinaus kann bei umgekehrtem Druck, insbesondere bei der Quecksilber-Hochdruckporosimetrie, das ausgetretene Quecksilbervolumen gemessen werden.

[0007] Die Verwendung von Quecksilber hat jedoch mehrere Nachteile.

[0008] Quecksilber ist giftig und umweltschädlich, so dass ein kostspieliges Recyclingverfahren für das verbrauchte Quecksilber erforderlich ist. Außerdem kann das gebrauchte Quecksilber aufgrund der Toxizität der Quecksilberdämpfe möglicherweise nicht in einer Vorrichtung zur Messung der Porosität recycelt werden.

Zusammenfassung der Erfindung

[0009] Es kann einen Bedarf geben, eine Porositätsmessung auf kosteneffiziente und umwelt- bzw. gesundheitsfreundliche Weise durchzuführen.

[0010] Eine Vorrichtung, ein Verfahren und eine Verwendung werden bereitgestellt.

[0011] Gemäß einem ersten Aspekt der Erfindung wird eine Vorrichtung (insbesondere ein Flüssigkeits-(Intrusions-)Porosimeter) zur Bestimmung einer Information, die eine Porosität einer Probe anzeigt, beschrieben, wobei die Vorrichtung Folgendes umfasst:

i) eine Messkammer (insbesondere ein Penetrometer), die zur Aufnahme der zu messenden Probe konfiguriert;

ii) ein Intrusionsmittelreservoir, das so konfiguriert ist, dass es (das Intrusionsmittel speichert und) der Messkammer das Intrusionsmittel bereitstellt (Messkammer und Intrusionsmittelreservoir können (direkt) gekoppelt sein);

iii) eine Druckvorrichtung (z.B. ein Kolben, der Druck auf die Messkammer ausübt), die konfiguriert ist, um ein Druckprofil an die Messkammer anzulegen, so dass das Intrusionsmittel in mindestens einen Teil der Poren der Probe gepresst wird;

(die Vorrichtung) umfasst insbesondere eine Messvorrichtung (z.B. eine kapazitive Messung, eine induktive Messung, eine optische Messung usw.), die zur Messung eines Volumens und/oder eines Drucks in Bezug auf das bereitgestellte Druckprofil konfiguriert ist); und

iv) eine Bestimmungsvorrichtung (z.B. eine Steuervorrichtung), die so konfiguriert ist, dass sie die Information, die die Porosität der Probe anzeigt, auf der Grundlage des gemessenen Druckprofils (z.B. unter Verwendung der Washburn-Gleichung) und/oder des (Intrusions-/Ext-

rusions-)Volumens des Intrusionsmittels bestimmt.

[0012] Das Intrusionsmittel (ist auf Galliumbasis, d.h. es) umfasst oder besteht aus Gallium oder einer Galliumlegierung. Die Vorrichtung ist so konfiguriert, dass sie reduzierende Bedingungen (z.B. unter Verwendung eines Reduktionsmittels wie einer Säure) und/oder inerte Bedingungen (z.B. Lagerung/Transport in einem Inertgas) in Bezug auf das Intrusionsmittel bereitstellt.

[0013] Gemäß einem zweiten Aspekt der Erfindung wird ein Verfahren zur Bestimmung einer Information, die eine Porosität einer Probe anzeigt, beschrieben, wobei das Verfahren Folgendes umfasst:

i) Bereitstellen eines Intrusionsmittels für die zu messende Probe, wobei das Intrusionsmittel Gallium oder eine Galliumlegierung umfasst;

ii) Anlegen eines Druckprofils, so dass das Intrusionsmittel in mindestens einen Teil der Poren der Probe gepresst wird;

(das Verfahren umfasst insbesondere ein Messen eines Drucks in Bezug auf das Druckprofil und/oder das (Intrusions-/Extrusionsvolumen des Intrusionsmittels) iii) Bestimmen der Information, die die Porosität der Probe anzeigt, auf der Grundlage des Druckprofils und/oder des Volumens Intrusionsmittels.

[0014] Das Verfahren umfasst ferner:

iv) Bereitstellen von reduzierenden oder inerten Bedingungen in Bezug auf das Intrusionsmittel.

[0015] Gemäß einem dritten Aspekt der Erfindung wird eine Verwendung (ein Verfahren zur Verwendung) von Gallium oder einer Galliumlegierung als Intrusionsmittel in einem Porosimeter beschrieben, wobei die Oxidation des Intrusionsmittels (insbesondere zu Galliumoxid) verhindert wird, indem reduzierende Bedingungen und/oder inerte Bedingungen bereitgestellt werden.

[0016] Im Zusammenhang mit dem vorliegenden Dokument kann sich der Begriff „reduzierende Bedingungen“ insbesondere auf Bedingungen in einem bestimmten Bereich beziehen, die eine chemische Reduktionsreaktion (im Gegensatz zu einer Oxidationsreaktion) begünstigen. Eine Reduktionsreaktion kann eine Art von chemischer Reaktion sein, bei der die Oxidationszustände von Atomen verändert werden. Insbesondere können Redoxreaktionen durch den tatsächlichen oder formalen Transfer von Elektronen zwischen chemischen Spezies gekennzeichnet sein, wobei meist eine Spezies (das Reduktionsmittel) eine Oxidation durchläuft (Elektronen verliert), während eine andere Spezies (das Oxidationsmittel) eine Reduktion durchläuft (Elektronen gewinnt). Ein

Beispiel für reduzierende Bedingungen im vorliegenden Dokument kann die Bereitstellung eines Reduktionsmittels an der Oberfläche des Intrusionsmittels (z.B. im Intrusionsmittelreservoir oder in der Messkammer) sein. Das Reduktionsmittel kann beispielsweise als eine Säure wie Salzsäure konfiguriert sein, die die Bildung von Galliumoxid verhindert und/oder mit Galliumoxid (Ga_2O_3) chemisch zu dem entsprechenden löslichen Galliumsalz (z.B. Galliumchlorid (GaCl_3) für HCl) reagiert. Auf diese Weise können die reduzierenden Bedingungen die Bildung und/oder das Vorhandensein von Galliumoxid verhindern.

[0017] Im Zusammenhang mit dem vorliegenden Dokument kann sich der Begriff „inerte Bedingungen“ insbesondere auf Bedingungen in einem bestimmten Bereich beziehen, die eine chemische Reaktion, insbesondere eine Oxidationsreaktion, verhindern. Inerte Stoffe (insbesondere Fluide) können unter den gegebenen Bedingungen keine chemischen Reaktionen eingehen. In einem Beispiel wird ein Edelgas wie Argon als inertes Fluid bereitgestellt, um das Intrusionsmittel (z.B. im Intrusionsmittelreservoir und/oder in der Messkammer) vor Oxidation zu schützen. Bei dem inerten Fluid kann es sich um ein Reinigungsfluid und/oder ein Arbeitsfluid handeln, so dass es sowohl für die Bereitstellung inerte Bedingungen für das Intrusionsmittel als auch für die Erfüllung einer bestimmten Aufgabe bei der Porositätsmessung verwendet werden kann.

[0018] Im Zusammenhang mit dem vorliegenden Dokument kann sich der Begriff „Druckprofil“ insbesondere auf eine vordefinierte zeitliche Druckänderung in der Messkammer beziehen. Der Druck kann das Intrusionsmittel (das aufgrund seiner Oberflächenspannung unter normalen Bedingungen nicht in die Poren eindringt) in die Poren zwingen. Der erforderliche Druck kann von der Größe der Poren abhängen. Der Druck kann während des Druckprofils kontinuierlich oder schrittweise ansteigend angelegt werden. In einem Beispiel wird das Druckprofil in zwei Schritten angelegt: eine Niederdruckmessung und eine Hochdruckmessung, insbesondere unter Verwendung unterschiedlicher Arbeitsfluide.

[0019] Im Zusammenhang mit dem vorliegenden Dokument kann sich der Begriff „Intrusionsmittel“ insbesondere auf eine Substanz (insbesondere ein Fluid) beziehen, die geeignet ist, unter einem angelegten Druck in die Poren einer Probe eingebracht zu werden. Ein solches Intrusionsmittel kann vorzugsweise ein nicht benetzendes Fluid sein, das unter Messbedingungen im Wesentlichen flüssig ist. Außerdem sollte das Intrusionsmittel mit der Probe nicht reaktiv sein. Ein gängiges Beispiel für ein Intrusionsmittel in der Porosimetrie ist Quecksilber. Ein Intrusionsmittel auf Galliumbasis kann jedoch ein überraschend effizienter Ersatz sein.

[0020] Gemäß einer beispielhaften Ausführungsform kann die Erfindung auf der Idee beruhen, dass eine Porositätsmessung kosteneffizient und umwelt- bzw. gesundheitsfreundlich durchgeführt werden kann, wenn Quecksilber als Intrusionsmittel durch ein Intrusionsmittel auf Galliumbasis ersetzt wird und wenn das Intrusionsmittel auf Galliumbasis vor Oxidation (innerhalb der Umgebung der Messvorrichtung) geschützt wird, indem inerte Bedingungen und/oder reduzierende Bedingungen bereitgestellt werden.

[0021] Gallium und Galliumlegierungen weisen physikalische/chemische Eigenschaften auf, die mit denen von Quecksilber und Aluminium vergleichbar sind. Wie Quecksilber können auch Gallium (legierungen) unter Messbedingungen flüssig sein und sind somit nicht benetzende Flüssigkeiten. Im Vergleich zu Quecksilber können Gallium oder Galliumlegierungen den Vorteil haben, dass sie weder giftig noch umweltschädlich sind. Das Recycling von Gallium (legierungen) im Rahmen von Porositätsmessungen kann effizienter erfolgen, so dass einerseits Kosten eingespart werden können und andererseits keine umwelt- und gesundheitsschädlichen Abfälle anfallen, die einen großen Kostenfaktor darstellen können. Insbesondere deshalb, weil die derzeitige Gesetzgebung für die Arbeit mit Quecksilber speziell eingerichtete Gefahrenräume vorschreibt.

[0022] Gallium (legierungen) haben jedoch einen großen Nachteil gegenüber Quecksilber, so dass sie bisher nicht als Ersatz in Betracht gezogen wurden: Gallium kann leicht zu Galliumoxid (insbesondere Ga_2O_3) oxidiert werden, wobei letzteres keine nicht benetzende Flüssigkeit ist (genauer gesagt ist es eine Dispersion von festem Galliumoxid an der Oberfläche, die die Flüssigkeit benetzbar macht, wobei dieser Feststoff dann aufgelöst/reduziert wird; er wird aus Gründen der Kohäsion/Dichte-Oberflächenspannung oben bleiben) und dadurch Porositätsmessungen erschweren oder sogar verhindern (zum Beispiel durch Anhaften an der Messkammer, insbesondere der Penetrometersäule).

[0023] Die Erfinder haben nun überraschenderweise herausgefunden, dass Gallium (und Galliumlegierungen) dennoch in hocheffizienter Weise bei Intrusionsporositätsmessungen eingesetzt werden können, wenn spezielle Mittel eingesetzt werden, die die Oxidation von Gallium in der Messumgebung verhindern. Zu diesen spezifischen Mitteln gehört insbesondere die Bereitstellung von reduzierenden oder inerten Bedingungen. Spezifische Implementierungen dieser Bedingungen werden für die folgenden beispielhaften Ausführungsformen beschrieben.

[0024] Gallium (legierungen) können im Vergleich zu Quecksilber einen größeren Kontaktwinkel aufweisen, so dass es bei gleichem Druck in größere

Poren eindringen kann als Quecksilber. Außerdem hat Gallium eine geringere Dichte als Quecksilber (etwa die Hälfte), so dass neben dem Kontaktwinkel auch der hydrostatische Druck wesentlich geringer ist (und somit die größte messbare Pore wesentlich größer ist). Somit können mit Gallium (legierungen) noch genauere Messungen durchgeführt werden.

[0025] Darüber hinaus kann der beschriebene Ansatz direkt in bestehende Porositätsmesssysteme implementiert werden, was eine unkomplizierte Anwendung ermöglicht.

Beispielhafte Ausführungsformen

[0026] Gemäß einer Ausführungsform umfasst die Galliumlegierung mindestens ein Metall aus der Gruppe, die aus Indium, Zinn, Zink, Kalium, Natrium, Kupfer, Silber, Cäsium, Bismut, Antimon, Blei, Gold, Thallium, Palladium, Platin, Selen, Lithium und Cadmium besteht. Insbesondere umfasst die Galliumlegierung mindestens eines aus der Gruppe, die aus $GaIn$, $GaInSn$, $GaZn$, $GaInZn$ besteht. Dies kann den Vorteil bieten, dass eine etablierte und für die Industrie relevante Galliumlegierung als Intrusionsmittel direkt eingesetzt werden kann. $GaIn$ besteht z.B. aus Ga 75,5% und In 24,5% und ist bei Raumtemperatur flüssig. $GaInSn$ (Markenname Galinstan®) ist eine eutektische Legierung, die bei Raumtemperatur flüssig ist. $GaInSn$ weist eine geringe Toxizität und geringe Reaktivität auf, so dass es sich gut als Ersatz für Quecksilber eignet. In einem sehr spezifischen Beispiel kann die Galliumlegierung KNa , Rubidium oder Francium enthalten.

[0027] Beispielsweise kann jede Galliumlegierung, die unter Messbedingungen (insbesondere bei Raumtemperatur) flüssig ist, geeignet sein.

[0028] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfassen die inerten Bedingungen einen Schutz des Intrusionsmittels zumindest teilweise durch ein inertes Fluid (insbesondere ein inertes Gas). Ein inertes Fluid kann auf das Intrusionsmittel in der Vorrichtung appliziert werden (z.B. auf bzw. über dem Intrusionsmittel liegen). Beispielsweise kann das Intrusionsmittelreservoir, in dem das Intrusionsmittel gespeichert bzw. gelagert wird, teilweise mit dem inerten Fluid gefüllt sein. In einem weiteren Beispiel kann das inerte Fluid in die Messkammer eingeleitet werden und das Intrusionsmittel darin vor Oxidation schützen. Zusätzlich kann das Intrusionsmittel zusammen mit dem inerten Fluid durch Versorgungsleitungen der Vorrichtung geleitet werden. Auf diese Weise kann ein wirksamer Schutz gegen Oxidation bereitgestellt werden.

[0029] In einem Beispiel wird das inerte Fluid aus einem von der Gruppe ausgewählt, die aus einem Edelgas (insbesondere Argon), Stickstoff, Kohlen-

monoxid (kann auch ein Reduktionsmittel sein) besteht. In einem Beispiel kann das inerte Fluid als Reinigungsfluid verwendet werden, das das Intrusionsmittel und/oder die (Teile der) Vorrichtung reinigt. In einem weiteren Beispiel kann das inerte Fluid als Arbeitsfluid verwendet werden.

[0030] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfassen die reduzierenden Bedingungen die Anwendung eines Reduktionsmittels (auf das Intrusionsmittel). Während das inerte Fluid (siehe oben) für inerte Bedingungen für das Intrusionsmittel sorgt, kann ein Reduktionsmittel (oder ein reduzierendes Fluid) für reduzierende Bedingungen sorgen, die eine Oxidation verhindern und/oder oxidierte (Intrusionsmittel-)Substanzen wie Galliumoxid reduzieren. Zusätzlich oder alternativ zu dem inerten Fluid kann das Reduktionsmittel dem Intrusionsmittel in der Vorrichtung zugeführt werden, zum Beispiel im Intrusionsmittelreservoir, in der Messkammer und/oder in den Versorgungsleitungen. Auf diese Weise kann ein wirksamer Schutz gegen Oxidation bereitgestellt werden.

[0031] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfasst das Reduktionsmittel ein Galliumoxid-auflösendes Fluid. Dies kann den Vorteil bieten, dass oxidierte Gallium-Substanzen (insbesondere Galliumoxid) effizient reduziert (entfernt) werden, wodurch das Intrusionsmittel recycelt wird. Gemäß einer weiteren Ausführungsform wird das Reduktionsmittel als Fluid auf eine Oberfläche und/oder eine Phasengrenze des Intrusionsmittels aufgebracht. Auf diese Weise können die reduzierenden Bedingungen dem Intrusionsmittel direkt zugeführt werden, insbesondere während der Lagerung des Intrusionsmittels (im Reservoir). Außerdem kann das Reduktionsmittel auch in der Messkammer die Oberfläche des Intrusionsmittels bedecken. In einer speziellen Ausführungsform (siehe **Fig. 6**) ist das Intrusionsmittel in der Messkammer mit dem Reduktionsmittel bedeckt, das wiederum von einem inerten (reinigenden) Fluid (Gas) bedeckt ist.

[0032] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfasst das Reduktionsmittel eine chemisch aktive Substanz, wie zum Beispiel eine Säure oder eine Base. In einem spezifischen Beispiel wird mindestens eine der Säuren Salzsäure, Schwefelsäure, Phosphorsäure, Essigsäure und Salpetersäure verwendet. In einem anderen Beispiel wird eine Base wie Natriumhydroxid (NaOH) oder Kaliumhydroxid (KOH) verwendet.

[0033] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist das Intrusionsmittelreservoir konfiguriert, um das Intrusionsmittel zu speichern und das inerte Fluid und/oder das Reduktionsmittel dem gespeicherten Intrusionsmittel zuzuführen. Auf diese Weise können dem gespeicherten Intrusionsmittel direkt und effi-

zient inerte/reduzierende Bedingungen zugeführt werden.

[0034] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist das Intrusionsmittelreservoir so konfiguriert, dass es die Oberfläche des gespeicherten Intrusionsmittels bedeckt, insbesondere so, dass das inerte Fluid und/oder das Reduktionsmittel auf dem Intrusionsmittel schwimmt. Auf diese Weise kann die Oberfläche des Intrusionsmittels wirksam vor Sauerstoff und oxidierenden Substanzen geschützt werden.

[0035] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist die Bestimmungsvorrichtung ferner so konfiguriert, dass sie die Information, die die Porosität der Probe anzeigt, unter Verwendung der Washburn-Gleichung bestimmt. Dies kann den Vorteil bieten, dass ein etabliertes Bewertungsschema direkt angewendet werden kann. Während bei anderen Verfahren die Auswertung der Porosität mittels Bildanalyse oder Magnetresonanz erfolgen kann, kann bei dem beschriebenen Verfahren ein Druckprofil angewendet werden, das im Zusammenhang mit dem gemessenen Druck (und Intrusionsmittelvolumen) unter Verwendung der etablierten Washburn-Gleichung ausgewertet wird.

[0036] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist die Vorrichtung ferner so konfiguriert, dass sie zumindest einem Teil der Vorrichtung und/oder dem Intrusionsmittel vor der Messung und/oder nach der Messung (beispielsweise im Intrusionsmittelreservoir) ein Reinigungsfluid (z.B. das inerte Fluid) und/oder das Reduktionsmittel zuführt. Während das Reinigungsfluid eher für inerte Bedingungen sorgt, ist das Reduktionsmittel so konfiguriert, dass es für reduzierende Bedingungen sorgt. Die beschriebene Vorrichtung kann so ausgelegt sein, dass sie das Intrusionsmittel an unterschiedlichen Stellen und auf unterschiedliche Weise vor Oxidation schützt. Dementsprechend ist eine Mehrzahl von Kombinationen in einer konkreten Umsetzung möglich. Dies wiederum erhöht die Flexibilität der Konstruktion.

[0037] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist die Vorrichtung so konfiguriert, dass verbrauchtes Intrusionsmittel durch das Reduktionsmittel zurückgewonnen wird. Insbesondere kann das Intrusionsmittel während der Messung zumindest teilweise oxidiert werden und durch das Reduktionsmittel zurückgewonnen werden.

[0038] Gemäß einer weiteren Ausführungsform wird die Messkammer vor der Messung gereinigt. Dies kann beispielsweise durch Spülen und Bürsten (mit reduzierendem Fluid), Spülen mit einer Reinigungslösung (z.B. Alkohol wie Isopropyl) oder Trocknen mit Druckluft erfolgen. In einem besonderen Beispiel kann es vorteilhaft sein, das gesamte Hochdruck-

Arbeitsfluid (Öl) nach einer Hochdruckmessung aus der Messkammer zu entfernen.

[0039] Gemäß einer weiteren Ausführungsform kann ein Reinigungsschritt (z.B. mit dem Reinigungsfluid) dazu beitragen, Sauerstoff/Oxidationsmittel aus der Messkammer/Vorrichtung zu entfernen, insbesondere durch den weiteren Einsatz einer Vakuumpumpe.

[0040] Gemäß einer weiteren Ausführungsform werden das (zurückgewonnene) Intrusionsmittel und das Rückgewinnungsmittel voneinander getrennt, z.B. unter Verwendung eines Filters.

[0041] Gemäß einer weiteren Ausführungsform wird die Porositätsmessung unter Vakuumbedingungen durchgeführt (z.B. unterhalb von 20 mBar, insbesondere unterhalb von 10^{-2} mBar). In einem bevorzugten Beispiel liegt die Sauerstoffkonzentration während der Messung in der Messkammer unter 100 ppm, insbesondere unterhalb von 50 ppm, ganz besonders unterhalb von 20 ppm und ganz besonders unterhalb von 10 ppm.

[0042] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist die Vorrichtung ferner so konfiguriert, dass sie in einem Niederdruckmodus betrieben werden kann. Im Niederdruckmodus kann ein Arbeitsfluid in Form eines Gases als druckförderndes (druckübertragendes) Medium eingesetzt werden, um das Intrusionsmittel in die Poren der Probe zu pressen. Es können Drücke im Hundert-Bar-Bereich verwendet werden, z.B. um 600 bar.

[0043] Gemäß einer weiteren Ausführungsform wird ein Niederdruck-Arbeitsfluid (Arbeitsfluid mit niedrigem Druck) als druckförderndes Medium auf das Intrusionsmittel appliziert.

[0044] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfasst das Niederdruck-Arbeitsfluid ein inertes Fluid oder ein reduzierendes Gas. Dies kann den Vorteil bieten, dass gleichzeitig inerte/reduzierende Bedingungen für das Intrusionsmittel geschaffen werden und die Funktion eines Arbeitsfluids erfüllt wird.

[0045] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfasst das Niederdruck-Arbeitsfluid ein Gas mit einer Sauerstoffkonzentration von weniger als 100 ppm, insbesondere weniger als 50 ppm, insbesondere weniger als 20 ppm, insbesondere weniger als 10 ppm. Die gleichen Sauerstoffbedingungen können auch für die gesamte Messkammer gelten. Auf diese Weise kann die Oxidation des Intrusionsmittels wirksam verhindert werden.

[0046] Gemäß einer weiteren Ausführungsform wird das Intrusionsmittel nach der Niederdruckmessung mit Hilfe des Reduktionsmittels zurückgewonnen.

[0047] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist die Vorrichtung ferner so konfiguriert, dass sie in einem Hochdruckmodus betrieben werden kann. Im Hochdruckmodus kann ein Arbeitsfluid in Form einer Flüssigkeit als druckförderndes Medium eingesetzt werden, um das Intrusionsmittel in die Poren der Probe zu pressen. Es können Drücke im Tausend-Bar-Bereich verwendet werden, z.B. um 6000 bar.

[0048] Gemäß einer weiteren Ausführungsform wird ein Hochdruck-Arbeitsfluid (Arbeitsfluid unter hohem Druck) als weiteres druckförderndes Medium auf das Intrusionsmittel appliziert.

[0049] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfasst das Arbeitsfluid unter hohem Druck ein inertes Fluid oder eine reduzierende Flüssigkeit. Dies kann den Vorteil bieten, dass gleichzeitig inerte/reduzierende Bedingungen für das Intrusionsmittel geschaffen werden und die Funktion eines Arbeitsfluids erfüllt wird.

[0050] In einem Beispiel ist das Hochdruck Arbeitsfluid ein Silikonöl oder ein Mineralöl. Ein solches Öl kann im Wesentlichen inert sein. Das Hochdruck-Arbeitsfluid kann jedoch Sauerstoff enthalten, der das Gallium (bzw. die Galliumlegierung) oxidiert.

[0051] Gemäß einer weiteren Ausführungsform weist das Reduktionsmittel eine geringe Mischbarkeit oder keine Mischbarkeit mit dem Druck-Arbeitsfluid, insbesondere dem Hochdruck-Arbeitsfluid, auf.

[0052] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist das Reduktionsmittel, insbesondere in der Messkammer, zwischen dem Intrusionsmittel und dem Druck-Arbeitsfluid, insbesondere dem Niederdruck-Arbeitsfluid oder dem Hochdruck-Arbeitsfluid, angeordnet (siehe **Fig. 6**).

[0053] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfasst mindestens eine (innere) Seitenwand der Messkammer eine Beschichtung, die so konfiguriert ist, dass ein Anhaften von Galliumoxid verhindert wird. Dies kann den Vorteil haben, dass ein Festkleben von Galliumoxid an den Seitenwänden verhindert wird und es dadurch leichter zu entfernen ist. Insbesondere kann der obere Teil eines Penetrometers (Schaft) beschichtet sein. In einem Beispiel wird diese Beschichtung vor allem im Rahmen von Hochdruckmessungen eingesetzt. Dabei kann die Beschichtung ein Reduktionsmittel (reduktionsmittelfreie Messung) zwischen dem Intrusionsmittel und dem Hochdruck Arbeitsfluid ersetzen (wie z.B. in **Fig. 6** dargestellt). In einem speziellen Beispiel kann die Beschichtung Indium(III)-oxid umfassen.

[0054] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist das Reduktionsmittel mit dem Arbeitsfluid (insbesondere dem Hochdruck-Arbeitsfluid) wenig oder nicht mischbar und dient somit als Oxidationsschutz während der Nieder-/Hochdruckmessung. Insbesondere werden wässrige Säuren/Basen als Reduktionsmittel zusammen mit einem lipophilen Druckmedium (Arbeitsfluid) eingesetzt.

[0055] Gemäß einer weiteren Ausführungsform wird das Intrusionsmittel nach der Hochdruckmessung mit Hilfe des Reduktionsmittels zurückgewonnen. Da das Hochdruck-Arbeitsfluid (z.B. im Fall von Öl) einen Film auf dem Intrusionsmittel bilden kann, kann dieser Film vor der Rückgewinnung mit einem filmenferndem Mittel, z.B. einem Alkohol wie Isopropyl, entfernt werden.

[0056] In einem speziellen Beispiel wird ein Reduktionsmittel/Fluid (oder inertes Fluid) zwischen dem Intrusionsmittel und dem (Hochdruck-)Arbeitsfluid bereitgestellt (siehe z.B. **Fig. 6**). Dadurch kann die Bildung einer unerwünschten Sauerstoffschicht wirksam verhindert werden.

[0057] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfassen die reduzierenden Bedingungen die Anwendung eines Austauschverfahrens, um Oxidationsmittel und/oder oxidiertes Intrusionsmittel, insbesondere Galliumoxid, und/oder Reduktionsmittel und/oder reduzierte Galliumsubstanzen aus dem Intrusionsmittel zu entfernen. Dies kann den Vorteil bieten, dass unerwünschte Spezies effizient entfernt werden können. Unter bestimmten Bedingungen kann das Reduktionsmittel ungeeignet sein (z.B. aufgrund von Korrosion) und sollte dann entfernt werden. Reduzierte Galliumsubstanzen (z.B. Galliumchlorid) können unerwünscht sein und könnten dann entfernt werden.

[0058] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfasst das Austauschverfahren mindestens eine von einer Membran, einem Ionenaustausch, einer Osmose, einer Dichtentrennung oder einem Filter. Dabei können die Mittel direkt eingesetzt werden, um eine effiziente Trennung zu ermöglichen.

[0059] Gemäß einer weiteren Ausführungsform umfasst die Vorrichtung ferner einen Sauerstoffsensor, der so konfiguriert ist, dass er die Sauerstoffkonzentration in mindestens einem Teil der Vorrichtung, insbesondere in dem inerten Fluid, überwacht. Da Sauerstoff oxidierende Bedingungen schafft, was ein Hauptproblem bei der Verwendung von Intrusionsmitteln auf Galliumbasis sein kann, kann ein Sauerstoffsensor als vielseitiges und vorteilhaftes Überwachungsinstrument und/oder als Alarmfunktion eingesetzt werden, um den Sauerstoffgehalt so niedrig wie möglich zu halten.

[0060] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist die Vorrichtung so konfiguriert, dass sie das Intrusionsmittel nach der Messung recycelt und das recycelte Intrusionsmittel bei einer weiteren Messung einsetzt. Dies kann den Vorteil bieten, dass das (wiedergewonnene) Intrusionsmittel mehrmals eingesetzt werden kann, wodurch (erhebliche) Kosten für den Kauf neuer Intrusionsmittel und für das Recycling gebrauchter Intrusionsmittel eingespart werden. Wie oben beschrieben, kann das gebrauchte Intrusionsmittel mit Reduktionsmitteln behandelt werden, um oxidierte Substanzen zu entfernen. Darüber hinaus können Trenntechniken wie z.B. ein Filter eingesetzt werden, um unerwünschte Stoffe und/oder Reaktionsprodukte zu entfernen. Das Recycling kann direkt in die beschriebene Vorrichtung implementiert werden. In einem anderen Beispiel kann das Recycling in einer separaten Vorrichtung erfolgen.

[0061] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist die Vorrichtung als Intrusionsporosimeter konfiguriert. Dadurch kann der beschriebene Ansatz direkt in bestehende Porosimeter-Konstruktionen (siehe z.B. **Fig. 1**) implementiert werden. Die Messkammer kann als etabliertes Penetrometer konfiguriert sein.

[0062] Gemäß einer weiteren Ausführungsform ist die Druckvorrichtung mit einer Druckzelle gekoppelt, insbesondere im Bereich der Messkammer. Auch hier kann der beschriebene Ansatz direkt in bestehende (siehe z.B. **Fig. 4** und **Fig. 5**) und getestete Porosimeter-Konstruktionen implementiert werden.

Kurze Beschreibung der Zeichnungen

[0063] Die oben definierten Aspekte und weitere Aspekte der Erfindung ergeben sich aus den nachfolgend zu beschreibenden Ausführungsbeispielen und werden unter Bezugnahme auf diese Ausführungsbeispiele erläutert.

Fig. 1 zeigt eine Vorrichtung für eine Porositätsmessung gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung.

Fig. 2 zeigt ein Intrusionsmittelreservoir gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung.

Fig. 3 zeigt ein Intrusionsmittelreservoir gemäß einer weiteren beispielhaften Ausführungsform der Erfindung.

Fig. 4 zeigt eine Vorrichtung für eine Porositätsmessung im Niederdruckmodus gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung.

Fig. 5 zeigt eine Vorrichtung für eine Porositätsmessung im Hochdruckmodus gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung.

Fig. 6 zeigt eine Messkammer gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung.

Detaillierte Beschreibung der Zeichnungen

[0064] Die Abbildungen in den Zeichnungen sind schematisch. In verschiedenen Zeichnungen sind ähnliche oder identische Elemente mit den gleichen Bezugszeichen versehen.

[0065] **Fig. 1** zeigt eine Vorrichtung 100 für eine Porositätsmessung gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung. Die Vorrichtung 100 ist zur Bestimmung einer Information konfiguriert, die eine Porosität einer Probe 111 anzeigt, und umfasst eine Messkammer 110, die die Probe 111 aufnimmt. Die Messkammer 110 ist als Penetrometer konfiguriert und umfasst einen Hohlraum, in dem die Probe 111 platziert ist, und eine Säule, die sich in vertikaler Richtung von der Probe 111 weg erstreckt. Die Probe 111 wird von unten eingeführt und dann durch den Verschluss 112 am Platz gehalten. Das Penetrometer 113 ist außerdem in einer Druckzelle 115 angeordnet. Eine Vakuumpumpe 135 erzeugt ein Vakuum in der Messkammer 110.

[0066] Die Vorrichtung 100 umfasst ferner ein Intrusionsmittelreservoir 120, in dem das Intrusionsmittel 125, nämlich Gallium oder eine Galliumlegierung, gespeichert ist. Im Falle von Gallium allein kann ein weiterer Erwärmungsschritt erforderlich sein (Schmelzpunkt 29,8°C). Das Intrusionsmittelreservoir 120 ist mit der Messkammer 110 (insbesondere der Säule) verbunden, so dass das Intrusionsmittel 125 direkt aus dem Reservoir 120 durch ein Ventil in die (Säule der) Messkammer 110 geströmt werden kann. Im dargestellten Beispiel füllt das Intrusionsmittel 125 die Messkammer 110 bereits bis zu einem Meniskus 114 in der Säule. Das Intrusionsmittelreservoir 120 ist ferner an einen Vorrat an Intrusionsmittel 125 angeschlossen. Bei dem Vorrat kann es sich um frisches Intrusionsmittel 125, recyceltes Intrusionsmittel 125 (aus der gleichen oder einer anderen Messung) oder eine Mischung aus beidem handeln.

[0067] Dem Intrusionsmittelreservoir 120 kann ein inertes Fluid 126 (z.B. ein Reinigungs- und/oder Schutzfluid) zugeführt werden, um innerhalb des Intrusionsmittelreservoirs 120 für (chemisch) inerte Bedingungen zu sorgen. Insbesondere verhindert das inerte Fluid 126, dass das Intrusionsmittel 120 innerhalb des Intrusionsmittelreservoirs 120 oxidiert wird.

[0068] Zusätzlich oder alternativ kann dem Intrusionsmittelreservoir 120 ein reduzierendes Fluid 180 zugeführt werden, um (chemisch) reduzierende Bedingungen innerhalb des Intrusionsmittelreservoirs 120 zu schaffen. Insbesondere verhindert das

reduzierende Fluid 180, dass das Intrusionsmittel 125 innerhalb des Intrusionsmittelreservoirs 120 oxidiert wird und/oder mit oxidierten Spezies reagiert.

[0069] Die Vorrichtung 100 umfasst ferner eine Druckvorrichtung 130, die so konfiguriert ist, dass sie ein Druckprofil auf die Messkammer 110 anlegt, so dass das Intrusionsmittel 125 in mindestens einen Teil der Poren der Probe 111 gepresst wird. In diesem Beispiel ist die Druckvorrichtung als ein mit der Druckzelle verbundener Kolben konfiguriert. Eine Messvorrichtung 140 der Vorrichtung 100 ist mit der Druckvorrichtung 130 gekoppelt und so konfiguriert, dass sie einen auf das bereitgestellte Druckprofil bezogenen Druck (in Bezug auf ein entsprechendes Volumen des Intrusionsmittels) misst. In diesem Beispiel umfasst die Messvorrichtung 140 eine Kapazitätsmessung 141, die mit dem Boden der Messkammer verbunden ist. Ein Absinken des Pegels des Intrusionsmittels in der Kapillare wird kapazitiv erfasst und damit auch die genaue Menge des eingedrungene Gallium(legierungs)volumens in Bezug auf den entsprechenden angelegten Druck.

[0070] Ferner umfasst die Vorrichtung 100 eine mit der Messvorrichtung 140 gekoppelte Bestimmungsvorrichtung 150, die so konfiguriert ist, dass sie auf der Grundlage des gemessenen Drucks unter Verwendung der Washburn-Gleichung die Information bestimmt, die die Porosität der Probe 111 anzeigt.

[0071] Über eine weitere Versorgungsleitung 129 können ein inertes Fluid 126, ein Reduktionsmittel 180, ein Niederdruck-Arbeitsfluid 127 und/oder ein Hochdruck-Arbeitsfluid 128 in die Messkammer 110 eingeleitet werden. Jedes dieser Fluide kann so konfiguriert sein, dass es in der Messkammer 110 für inerte Bedingungen oder reduzierende Bedingungen für das Intrusionsmittel 125 sorgt. Arbeitsfluid und Reinigungsfluid können hier identisch sein, sorgen aber beide für inerte/reduzierende Bedingungen.

[0072] Die Vorrichtung 100 ist daher konfiguriert, um reduzierende oder inerte Bedingungen in Bezug auf das Intrusionsmittel 125 bereitzustellen, wie oben beschrieben, indem entsprechende Fluide 126, 127, 128, 180 in der Messkammer 110 und/oder im Intrusionsmittelreservoir 120 bereitgestellt werden.

[0073] **Fig. 2** zeigt ein Intrusionsmittelreservoir 120 (insbesondere von der zu **Fig. 1** beschriebenen Vorrichtung 100) gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung. In diesem Beispiel umfasst das Intrusionsmittelreservoir 120 zwei Teile, wobei der obere Teil eine Reinigungseinheit ist, in der das Intrusionsmittel 125 mit einem inertem Fluid 126 vermischt wird, das direkt auf dem Intrusionsmittel 125 abgestützt werden kann. Das gereinigte Intrusionsmittel 125 wird dann durch ein Ventil in den darunter liegenden zweiten Teil geleitet. Der zweite Teil

umfasst eine Membran 185 zwischen nicht mischbaren Phasen, die den zweiten Teil in eine Kammer für das Intrusionsmittel 125 und eine Kammer für das Reduktionsmittel 180 trennt. Das Intrusionsmittel 125 und das Reduktionsmittel 180 haben jeweils einen separaten Einlass und Auslass. Auf diese Weise kann das Intrusionsmittel 125 aus dem Reinigungsteil in die Kammer für das Intrusionsmittel 125 und dann weiter aus dem Reservoir 120 in die Messzelle 110 strömen. Das Reduktionsmittel 180 kann in die Kammer für das Reduktionsmittel und dann weiter aus dem Reservoir 120 strömen. An der Membran sorgt das Reduktionsmittel 180 für reduzierende Bedingungen, so dass eine Oxidation des Intrusionsmittels 180 verhindert wird, insbesondere werden oxidierte Stoffe reduziert.

[0074] Fig. 3 zeigt ein Intrusionsmittelreservoir 120 (insbesondere von der zu Fig. 1 beschriebenen Vorrichtung 100) gemäß einer weiteren beispielhaften Ausführungsform der Erfindung. Das Reservoir 120 umfasst Seitenwände 121, die ein dazwischen liegendes Volumen begrenzen, und einen Deckel 122 als obere Seitenwand (inerte Materialien). Am Boden des Reservoirs 120 befindet sich das Intrusionsmittel 125, das eine Flüssigkeit auf Galliumbasis ist. Das Intrusionsmittel 125 kann über ein Ventil direkt der Messkammer 110 zugeführt werden (hier nicht dargestellt). Oberhalb des Intrusionsmittels 125 befindet sich ein Reduktionsmittel/Fluid 180, z.B. eine Säure. Ferner befindet sich oberhalb des Reduktionsmittels 180 ein inertes Fluid 126, das über eine Versorgungsleitung für inertes Fluid 126 bereitgestellt werden kann. Im vorliegenden Fall ist das inerte Fluid 126 ein inertes Gas, das sich im Kopfraum des Reservoirs 120 befindet und eine Inertgasdecke für das Reduktionsmittel 180 und das Intrusionsmittel 125 bildet. In dieser Konfiguration kann das Intrusionsmittelreservoir 120 gleichzeitig ein Reservoir und eine Reinigungseinheit sein.

[0075] Fig. 4 zeigt eine Vorrichtung 100 für eine Porositätsmessung im Niederdruckmodus gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung. Die Vorrichtung 100 ist der in Fig. 1 beschriebenen Vorrichtung sehr ähnlich. Die Druckvorrichtung 130 ist konfiguriert, um ein Niederdruck-Arbeitsfluid 127 in die Messkammer 110 zu pressen, so dass das Intrusionsmittel 125 in der Messkammer 110 gezwungen wird, in die Poren der Probe 111 einzudringen. In einem Beispiel wird ein Druck im Bereich von hundert bar (z.B. 600 bar) angelegt. Das Niederdruck-Arbeitsfluid ist vorzugsweise ein inertes Fluid wie Argon oder Stickstoff mit einem extrem niedrigen Sauerstoffgehalt (z.B. 50 ppm oder weniger).

[0076] Fig. 5 zeigt eine Vorrichtung 100 für eine Porositätsmessung im Hochdruckmodus gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung. Die Vorrichtung 100 ist der in Fig. 1 beschriebenen

Vorrichtung sehr ähnlich. Die Druckvorrichtung 130 ist konfiguriert, um ein Hochdruck-Arbeitsfluid 128 in die Messkammer 110 zu pressen, so dass das Intrusionsmittel 125 in der Messkammer 110 gezwungen wird, in die Poren der Probe 111 einzudringen. In einem Beispiel wird ein Druck im Bereich von tausend bar (z.B. 6000 bar) angelegt. Das Hochdruck-Arbeitsfluid 128 ist vorzugsweise eine Flüssigkeit wie z.B. ein Silikonöl.

[0077] Fig. 6 zeigt (die Säule) einer Messkammer 110 gemäß einer beispielhaften Ausführungsform der Erfindung. Die Messkammer 110 ist als Penetrometer 113 konfiguriert und in Fig. 6 ist nur die Säule dargestellt (vgl. Fig. 1). Das Intrusionsmittel 125 befindet sich in der Säule und kann in die darunter liegende Probe 111 (in dieser Figur nicht dargestellt) intrudiert werden. Das Intrusionsmittel 125 füllt die Säule bis zum Meniskus 114 aus. Das Intrusionsmittel 125 ist mit dem Reduktionsmittel 180, in diesem Beispiel Salzsäure, bedeckt. Das Reduktionsmittel 180 ist weiter mit dem Hochdruck-Arbeitsfluid 128, in diesem Beispiel ein Öl, bedeckt. Auf diese Weise kann das Intrusionsmittel 125 während der Messphase wirksam vor Oxidation geschützt werden.

Bezugszeichen

100	Vorrichtung, Porosimeter
110	Messkammer, Penetrometer
111	Probe mit Poren
112	Verschluss
113	Penetrometer
114	Meniskus
115	Druckzelle
120	Intrusionsmittelreservoir
121	Seitenwand
122	Deckel
125	Intrusionsmittel, Gallium (Legierung)
126	Inertes Fluid, Reinigungsfluid
127	Niederdruck-Arbeitsfluid
128	Hochdruck-Arbeitsfluid
129	Weitere Versorgungsleitung
130	Druckvorrichtung
135	Vakuum-Pumpe
140	Messvorrichtung
141	Kapazitätsmessung
150	Bestimmungsvorrichtung
180	Reduktionsmittel
185	Membran

Patentansprüche

1. Vorrichtung (100), insbesondere eine Flüssigkeitsintrusionsporosimetrievorrichtung, zur Bestimmung einer Information, die eine Porosität einer Probe (111) anzeigt, wobei die Vorrichtung Folgendes umfasst:

eine Messkammer (110), die zur Aufnahme der zu messenden Probe (111) konfiguriert ist;
ein Intrusionsmittelreservoir (120), das so konfiguriert ist, dass es der Messkammer (110) das Intrusionsmittel (125) bereitstellt;
eine Druckvorrichtung (130), die konfiguriert ist, um ein Druckprofil an die Messkammer (110) anzulegen, so dass das Intrusionsmittel (125) in mindestens einen Teil der Poren der Probe (111) gepresst wird; und
eine Bestimmungsvorrichtung (150), die so konfiguriert ist, dass sie die Information, die die Porosität der Probe (111) anzeigt, auf der Grundlage des angelegten Druckprofils und/oder des Volumens des Intrusionsmittels (125) bestimmt;
wobei das Intrusionsmittel (125) Gallium oder eine Galliumlegierung umfasst; und
wobei die Vorrichtung (100) konfiguriert ist, um reduzierende Bedingungen und/oder inerte Bedingungen in Bezug auf das Intrusionsmittel (125) bereitzustellen.

2. Vorrichtung (100) nach Anspruch 1, wobei die Galliumlegierung mindestens ein Metall aus der Gruppe umfasst, die aus Indium, Zinn, Zink, Kalium, Natrium, Kupfer, Silber, Cäsium, Bismut, Antimon, Blei, Gold, Thallium, Palladium, Platin, Selen, Lithium und Cadmium besteht, insbesondere, wobei die Galliumlegierung mindestens eines aus der Gruppe umfasst, die aus GaIn, GaInSn, GaZn, besteht .

3. Vorrichtung (100) nach Anspruch 1 oder 2, wobei die inerten Bedingungen einen Schutz des Intrusionsmittels (125) zumindest teilweise durch ein inertes Fluid (126), insbesondere ein inertes Gas, umfassen.

4. Vorrichtung (100) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die reduzierenden Bedingungen eine Anwendung eines Reduktionsmittels (180), insbesondere eines oxidauflösenden Fluids, auf das Intrusionsmittel (120) umfassen, insbesondere, wobei das Reduktionsmittel (180) als Fluid auf eine Oberfläche und/oder eine Phasengrenze des Intrusionsmittels (125) aufgebracht wird, ganz besonders, wobei das Reduktionsmittel (180) eine Säure oder eine Base umfasst.

5. Vorrichtung (100) nach Anspruch 3 oder 4, wobei das Intrusionsmittelreservoir (120) konfiguriert ist, um das Intrusionsmittel (125) zu speichern

und das inerte Fluid (126) und/oder das Reduktionsmittel (180) dem gespeicherten Intrusionsmittel (125) zuzuführen, insbesondere konfiguriert, um die Oberfläche des gespeicherten Intrusionsmittels (125) zu bedecken, ganz besonders so, dass das inerte Fluid (126) und/oder das Reduktionsmittel (180) auf dem Intrusionsmittel (125) schwimmt.

6. Vorrichtung (100) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Bestimmungsvorrichtung (150) ferner konfiguriert ist, um die Information, die die Porosität der Probe (111) anzeigt, unter Verwendung der Washburn-Gleichung zu bestimmen.

7. Vorrichtung (100) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, die ferner konfiguriert ist, um ein Reinigungsfluid (126, 180), insbesondere das inerte Fluid (126) und/oder das Reduktionsmittel (180), zumindest einem Teil der Vorrichtung (100) und/oder dem Intrusionsmittel (125) vor der Messung und/oder nach der Messung zuzuführen, insbesondere innerhalb des Intrusionsmittelreservoirs (120).

8. Vorrichtung (100) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, die ferner konfiguriert ist, um in einem Niederdruckmodus betrieben zu werden, wobei dem Intrusionsmittel (125) ein Niederdruck-Arbeitsfluid (127) mit niedrigem Druck als druckförderndes Medium zugeführt wird, insbesondere, wobei das Niederdruck-Arbeitsfluid (127) ein inertes Fluid (126) oder ein reduzierendes Gas (180) umfasst, ganz besonders ein Gas (126, 180) mit einer Sauerstoffkonzentration von weniger als 100 ppm, insbesondere von weniger als 50 ppm, ganz besonders von weniger als 20 ppm, ganz besonders von weniger als 10 ppm.

9. Vorrichtung (100) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, die ferner konfiguriert ist, um in einem Hochdruckmodus betrieben zu werden, wobei dem Intrusionsmittel (125) ein Hochdruck-Arbeitsfluid (128) als weiteres druckförderndes Medium zugeführt wird, insbesondere, wobei das Hochdruck-Arbeitsfluid (128) eine inerte Flüssigkeit, ganz besonders ein Silikonöl oder ein Mineralöl, umfasst.

10. Vorrichtung (100) nach Anspruch 8 oder 9, wobei das Reduktionsmittel (180) eine geringe Mischbarkeit oder keine Mischbarkeit mit dem Druck-Arbeitsfluid (127, 128), insbesondere dem Hochdruck-Arbeitsfluid (128), aufweist; und/oder wobei das Reduktionsmittel (180), insbesondere in der Messkammer (110), zwischen dem Intrusionsmittel (120) und dem Druck-Arbeitsfluid (127, 128), insbesondere dem Niederdruck-Arbeitsfluid (127)

oder dem Hochdruck-Arbeitsfluid (128), angeordnet ist.

Bedingungen und/oder inerte Bedingungen bereitgestellt werden.

11. Vorrichtung (100) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, ferner umfassend:
einen Sauerstoffsensor, der konfiguriert ist, um die Sauerstoffkonzentration in mindestens einem Teil der Vorrichtung (100), insbesondere des inerten Fluids (126), zu überwachen.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

12. Vorrichtung (100) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, die ferner konfiguriert ist, um das Intrusionsmittel (125) nach der Messung zu recyceln und das recycelte Intrusionsmittel (125) in einer weiteren Messung anzuwenden.

13. Vorrichtung (100) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, die ferner mindestens eines der folgenden Merkmale aufweist:
wobei die Vorrichtung (100) als ein Intrusionsporosimeter konfiguriert ist;
wobei die Messkammer (110) ein Penetrometer (113) umfasst;
wobei mindestens eine Seitenwand der Messkammer (110) eine Beschichtung aufweist, die so konfiguriert ist, dass sie das Anhaften von Metalloxid, insbesondere von Galliumoxid, verhindert;
wobei die reduzierenden Bedingungen die Anwendung eines Austauschverfahrens umfassen, um Oxidationsmittel und/oder oxidiertes Intrusionsmittel, insbesondere Galliumoxid, aus dem Intrusionsmittel zu entfernen,
insbesondere, wobei das Austauschverfahren mindestens eines von einer Membran (185), einem Ionenaustausch, einer Osmose, einer Dichtentrennung, einem Filter umfasst.

14. Verfahren zur Bestimmung einer Information, die eine Porosität einer Probe (111) anzeigt, wobei das Verfahren Folgendes umfasst:
Bereitstellen eines Intrusionsmittels (125) zu der zu messenden Probe (111),
wobei das Intrusionsmittel (125) Gallium oder eine Galliumlegierung umfasst;
Anlegen eines Druckprofils, so dass das Intrusionsmittel (125) in mindestens einen Teil der Poren der Probe (111) gepresst wird;
Bestimmen der Information, die die Porosität der Probe (111) anzeigt, auf der Grundlage des angelegten Druckprofils und/oder des Volumens des Intrusionsmittels (125); und
wobei das Verfahren ferner umfasst:
Bereitstellen von reduzierenden Bedingungen und/oder inerten Bedingungen in Bezug auf das Intrusionsmittel (125).

15. Verwendung von Gallium oder einer Galliumlegierung als Intrusionsmittel (125) in einem Porosimeter (100), wobei die Oxidation des Intrusionsmittels (125) verhindert wird, indem reduzierende

Anhängende Zeichnungen

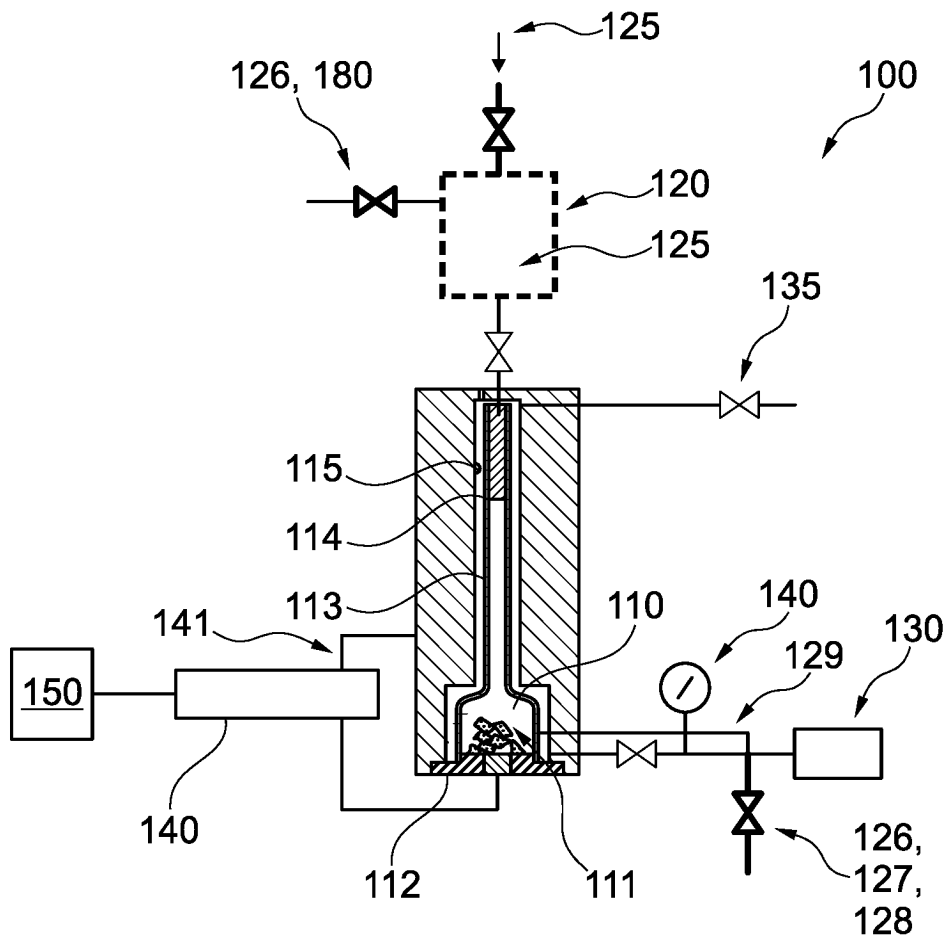


Fig. 1

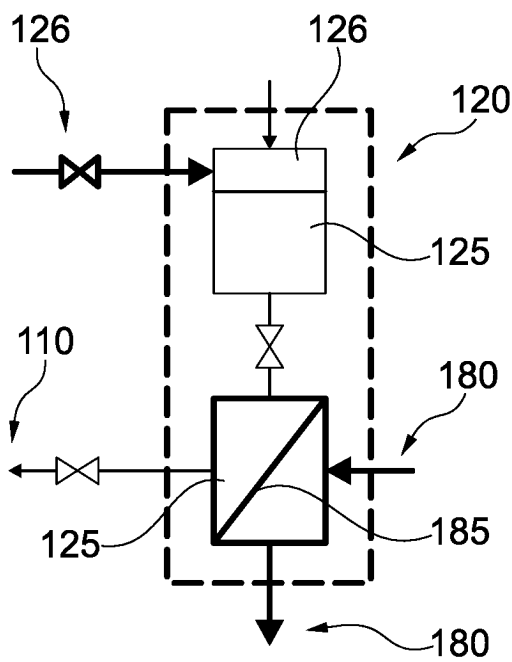


Fig. 2

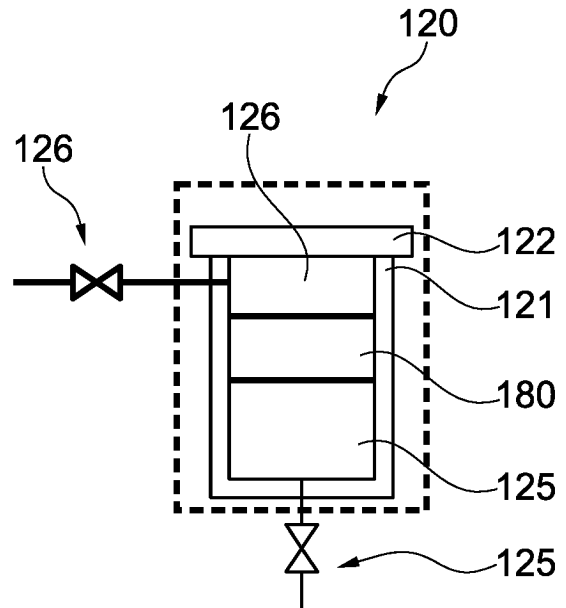


Fig. 3

