



Институт проблем химической физики
Российской академии наук

Аналитический центр коллективного пользования

**Измерение площади поверхности и пористости методом
капиллярной конденсации азота**

Методика выполнения измерений на приборе QUADRASORB

Е.А. Куркина, О.В. Коплак, А.Е. Белянин

Черноголовка
2021 г.

**Институт проблем химической физики
Российской академии наук**

ISBN 978-5-91845-095-6

© Е.А. Куркина, 2021
© О.В. Коплак, 2021
© А.Е. Беянин, 2021
© ИПХФ РАН, 2021

Содержание

1. Введение.....	8
2. Теоретические основы метода сорбции газов.....	9
2.1 Явление сорбции.....	9
2.2 Реальные твердые тела	10
2.3 Изотермы адсорбции – десорбции	13
2.4 Определение удельной поверхности из изотерм в модели Брюнера - Эммета - Теллера.....	20
2.4.1 Описание модели.....	21
2.4.2 Многоточечный метод	22
2.4.3 Одноточечный метод	25
2.4.4 Сравнение одно- и многоточечного вариантов	25
2.5 Определение пористости	28
2.5.1 Изотермы адсорбции для пористых систем	29
2.5.2 Гистерезис адсорбции - десорбции.....	32
2.5.3 Объем пор и их средний радиус	33
2.5.4 Распределение пор по размерам.....	34
2.5.5 Мезопористые системы	35
2.5.6 Метод Баррета - Джойнера - Халенды.....	38
3. Техническое описание прибора QUADRASORB SI.....	41
3.1 Характеристики прибора Quadrasorb SI	43
3.2 Quadrasorb SI технологическая мнемосхема.....	45
3.3 Принадлежности и регулировка	46
3.3.1 Сосуд Дьюара	46
3.3.2 Включение электропитания	46
3.3.3 Порт ввода-вывода данных	46
3.3.4 Вакуум	47
3.3.5 Газ - адсорбат.....	47

3.3.6 Ячейки для образцов и стеклянные присадочные стержни	47
3.3.7 Узел крепления ячейки.....	48
3.3.8 Датчик уровня жидкого азота	49
4. Подготовка образца к измерению.....	52
4.1 Требования к образцам	52
4.2 Выбор ячейки для образца	52
4.3 Выбор температуры и времени дегазации	53
4.4 Выдувание и его предотвращение	54
4.5. Калибровка ячеек	56
5. Программное обеспечение Quadrasorb SI	57
5.1 Меню программы	57
6. Проведение измерений	59
6.1 Выполнение калибровки ячеек.....	59
6.2 Установка параметров анализа образца.....	61
6.2.1 Окно Start Analysis	62
6.2.2 Окно Analysis.....	64
6.2.3 Окно Sample.....	66
6.2.4 Окно Point.....	68
6.2.5 Окно Reporting.....	71
6.3 Контроль за ходом анализа.....	72
6.4. Параметры анализа для криптона.....	72
7. Анализ и обработка данных посредством Quadrawin.....	77
7.1 Тэги обработки данных.....	83
7.1.1 Установка тэгов обработки данных.....	85
7.2 Установка параметров обработки данных.....	87
7.3 Редактирование анализируемых данных.....	89
8. Основные модели расчета для обработки результатов.....	90
9. Примеры.....	92
9.1 Микропористые материалы.....	95
9.2 Микро – мезопористые материалы.....	99

9.3 Мезопористые материалы.....	100
9.4 Непористые материалы.....	105
9.5 Мезопоры в присутствии микропор. Активированный углерод (образец 1715 АУ).....	107
9.6 Мезопоры в присутствии микропор. Модифицированный активированный уголь с нанесением Fe_3O_4 (образец 1718 МАУ).....	109
9.7 Мезопоры в присутствии микропор. Полимеры (образец 1716 РБ - 54).....	112
9.8 Мезопоры в присутствии микропор. Полимеры (образец 1717 РБ - 55)	114
9.9 Мезопоры в присутствии микропор. Углеродные соединения (образец 1413 RGO 2019 (700)).....	117
9.10 Мезопоры в присутствии микропор. Углеродные соединения (образец 1414 RGO 2017 (700))	119
9.11 Мезопоры в присутствии микропор. Углеродные соединения (образец 1415 RGO 2019 (700))	121
9.12 Мезопоры в присутствии микропор. Углеродные соединения (образец 1416 RGO 2017 (700))	123
9.13 Мезопоры в присутствии микропор. Цезиевые соли фосфорномолибденовой кислоты (образец 1750 Cs 1.5).....	126
9.14 Мезопоры в присутствии микропор. Цезиевые соли фосфорномолибденовой кислоты (образец 1751 Cs 2.0).....	128
9.15 Мезопоры в присутствии микропор. Цезиевые соли фосфорномолибденовой кислоты (образец 1752 Cs 2.5).....	130
9.16 Мезопоры в присутствии микропор. Цезиевые соли фосфорномолибденовой кислоты (образец 1753 Cs 3.0).....	132

9.17 Мезопоры в присутствии микропор. Цезиевые соли фосфорномолибденовой кислоты (образец 1754 Cs 1.0).....	134
9.18 Мезопоры в присутствии микропор. Цезиевые соли фосфорномолибденовой кислоты (образец 1755 Cs 6.0).....	136
9.19 Мезопоры в отсутствии микропор. Образец Al_2O_3 , модифицированный силаном (образец 1701 S - 14)	139
9.20 Мезопоры в отсутствии микропор. Образец Al_2O_3 , модифицированный силаном (образец 1702 S - 15)	141
9.21 Мезопоры в отсутствии микропор. Образец Al_2O_3 , модифицированный силаном (образец 1712 S - 13)	143
10. Список литературы.....	147