

UWAGI DO ODPLATNYCH BADAŃ POROWATOŚCI CIAŁ STAŁYCH

(cennik na http://www.polymer-carbon.ch.pwr.edu.pl/oferta_badawcza.html)

Przed wszystkim należy określić zakres szerokości porów występujących w materiale. Jeśli jest to zakres od 0,7 do 50 nm (mikro- i mezopory) to najbardziej precyzyjne wyniki uzyskuje się wykonując izotermę adsorpcji N₂ w 77K. Dla porów 0,4-2 nm (mikropory i ultramikropory) wykonuje się izotermę adsorpcji CO₂ w 273K. Sorpcja CO₂ jest często analizą uzupełniającą do sorpcji N₂. Dla szerokiego spektrum porowatości, tj. od 3 nm do nawet 1,1 mm (największa czułość dla obszaru mikrometrów) proponujemy zamówić wykonanie porozymetrii rtęciowej.

Uproszczona izoterma adsorpcji N₂ w 77K wykonywana jest na aparacie NOVA 2200 (ciśnienie początkowe ok. 10⁻⁵ bara). Jest to najtańsza i najszybsza analiza (do 6h), dedykowana dla sorbentów o powierzchni właściwej powyżej 100 m²/g, z przewagą mezoporów lub zawierającymi mikropory o wymiarach nie mniejszych od 1 nm. Musi być znana gęstość rzeczywista (helowa) materiału. W cenie analizy klient otrzymuje pełną izotermę (adsorpcja i desorpcja) wraz z podstawową interpretacją tj.:

- Powierzchnia BET
- Objętość całkowita porów (do 50 nm)
- Średnia szerokość porów do 50 nm

Precyzyjna izoterma N₂ w 77K wykonywana jest na aparacie ASAP 2020 (pompa turbomolekularna, ok. 10⁻¹³ bara). Większa precyzja oznacza często dłuższy czas wyznaczenia izotermy (12-24h), co rzutuje na wyższą cenę. Izoterma precyzyjna jest wymagana dla materiałów o bardzo małych powierzchniach właściwych (nawet poniżej 10 m²/g) oraz pomiarów ukierunkowany w obszar mikroporów (0,7-2 nm), wymagających dłuższego, 2-etapowego odgazowania próbki. Raport z analizy zawiera:

W opcji „mikro-i mezopory”:

- Pełna izoterma - adsorpcja ($p/p_0 = 0,01-0,96$) i desorpcja ($p/p_0 = 0,96-0,1$)
- Powierzchnia BET
- Objętość całkowita porów (do 50 nm)
- Średnia szerokość porów do 50 nm

W opcji „przewaga mikroporów”:

- Pełna izoterma - adsorpcja ($p/p_0 = 10^{-7}-0,96$) i desorpcja ($p/p_0 = 0,96-0,1$)
- Powierzchnia BET
- Objętość całkowita porów (do 50 nm)
- Średnia szerokość porów do 50 nm
- Objętość mikroporów wg Dubinina-Raduskiewicza
- Energia charakterystyczna adsorpcji
- Średnia szerokość mikroporów wg Stockli'ego

W ramach **sorpcji CO₂ w 273K** klient otrzymuje izotermę adsorpcji wraz z podstawową interpretacją, tj.:

- Objętość i powierzchnia mikroporów wg. Dubinina-Raduskiewicza
- Średnia szerokość mikroporów wg. Stoeckli'ego

Izotermy sorpcji wodoru i metanu wykonywane są analogicznie do uproszczonej izotermy N₂ w 77K. Wynikiem jest tylko izoterma adsorpcji/desorpcji gazu. Wyższe ceny analiz wynikają z wyższych kosztów eksploatacyjnych oraz stosowania przerw technicznych do zmiany gazu.

Rozkład wymiarów porów nie jest czynnością standardową. Taka analiza (metoda BJH lub DFT) może być wykonana i dołączona do raportu za dodatkową opłatą (40 PLN za każdą z metod).

Gdy klient spodziewa się bardzo małej powierzchni (<10 m²/g) to powinien dostarczyć co najmniej 2 gramy próbki. Dla 10-100 m²/g – 0,5-2 grama, a dla powyżej 100 m²/g - do 0,5 grama ale nie mniej niż 0,15 grama.

Powinna być też określona maksymalna temperatura, do jakiej materiał pozostaje stabilny w próżni (jeżeli jest niższa niż 300°C). Ze względu na rozmiar komórki analitycznej ziarno materiału badanego nie powinno być większe od 9mm.

Przy wykonywaniu **porozymetrii rtęciowej** koszty analizy uzależnione są od ilości zużytej rtęci, podyktowanej gabarytami analizowanej próbki. Występuje tu podział na 3 grupy:

1. Pyl lub gabaryty umożliwiające umieszczenie w walcu o średnicy 15 mm i wysokości 15 mm
2. Gabaryty umożliwiające umieszczenie w walcu o średnicy 15 mm i wysokości 26 mm
3. Gabaryty umożliwiające umieszczenie w walcu o średnicy 25 mm i wysokości 28 mm

Masa materiału musi być dobrana tak, aby do analizy było dostępne 0,1-0,35 cm³ (gabaryt 1 i 2) lub 0,3-1,6 cm³ porów (gabaryt 3). Powinna być określona maksymalna temperatura, do jakiej materiał pozostaje stabilny w powietrzu (jeżeli jest niższa niż 120 °C).

Razem z próbkami klient dostarcza pisemne zamówienie na wykonanie analiz skierowane do:

Wydział Chemiczny,
Politechnika Wrocławska,
Wybrzeże Wyspińskiego 27, 50-370 Wrocław
NIP: 896-000-58-51

W przypadku braku odpowiedniej adnotacji na zamówieniu, dostarczone materiały nie są automatycznie zwracane klientowi, a po 30 dniach od przekazania protokołu z wynikami analiz materiały są utylizowane.

Osoba do kontaktu:

dr hab. inż. Krzysztof Kierzek
Politechnika Wrocławska
Katedra Inżynierii Procesowej i Technologii Materiałów Polimerowych i Węglowych
ul. Gdańska 7/9, F3/p.124
50-344 Wrocław
Tel/fax +48 71 320-65-06